

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

ÉCOLE DE GÉNIE

EFFET DU TRAITEMENT THERMIQUE DES FIBRES SUR LES PROPRIÉTÉS DES  
COMPOSITES BOIS-POLYMÈRE

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

MOKHLES BENALI

MARS 2016



**Cégep** de l'Abitibi-Témiscamingue  
**Université** du Québec en Abitibi-Témiscamingue

### **Mise en garde**

La bibliothèque du Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue a obtenu l'autorisation de l'auteur de ce document afin de diffuser, dans un but non lucratif, une copie de son œuvre dans Depositum, site d'archives numériques, gratuit et accessible à tous.

L'auteur conserve néanmoins ses droits de propriété intellectuelle, dont son droit d'auteur, sur cette œuvre. Il est donc interdit de reproduire ou de publier en totalité ou en partie ce document sans l'autorisation de l'auteur.

### **Warning**

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue obtained the permission of the author to use a copy of this document for non-profit purposes in order to put it in the open archives Depositum, which is free and accessible to all.

The author retains ownership of the copyright on this document. Neither the whole document, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

## REMERCIEMENTS

Au terme de ce mémoire, je tiens à exprimer mes vifs remerciements à monsieur **Ahmed KOUBAA**, professeur chercheur à l'Université du Québec en Abitibi Témiscamingue et directeur scientifique du laboratoire de biomatériaux, pour la confiance qu'il m'a accordée, pour son soutien et ses encouragements, et pour m'avoir donné la chance de travailler dans le cadre de ce projet. Je remercie également monsieur **Aziz LAGHDIR**, chercheur au **SE**rvice de **R**echerche et **d'EX**pertise en transformation des produits forestiers (SEREX) et professeur associé à l'Université LAVAL pour son aide et son soutien.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à monsieur **Sébastien MIGNEAULT**, stagiaire postdoctoral au Laboratoire de biomatériaux, pour toute l'aide qu'il m'a apportée pour me familiariser avec l'équipement du laboratoire et pour ses conseils pertinents.

Mes remerciements vont finalement à tous mes collègues ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce projet ainsi qu'à mes parents, ma famille et mes amis pour leur support moral, qui a contribué grandement à ma réussite.

## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS .....	i
TABLE DES MATIÈRES .....	ii
LISTE DES FIGURES.....	vii
LISTE DES TABLEAUX.....	xiii
RÉSUMÉ .....	xv
ABSTRACT.....	xvi
LISTE DES ACRONYMES .....	xvii
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE I REVUE DE LITTÉRATURE.....	3
1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX COMPOSITES.....	3
1.2. LES COMPOSITES BOIS-POLYMÈRES.....	4
1.2.1 Généralités .....	4
1.2.2 Domaines d'utilisation : .....	4
1.2.3 Mise en forme : .....	6
1.2.3.1. Extrusion.....	6
1.2.3.2. Moulage par injection .....	7

1.2.3.3. Thermo-consolidation .....	7
1.3. MATIÈRES PREMIÈRES .....	8
1.3.1 Les fibres de bois .....	8
1.3.1.1. Cellulose .....	9
1.3.1.2. Hémicellulose .....	11
1.3.1.3. Lignine .....	12
1.3.2. Les matrices polymères : .....	14
1.3.3. Agent de couplage et adhésion .....	15
1.4. TRAITEMENTS DES FIBRES .....	16
1.4.1. Traitements chimiques : .....	17
1.4.2. Traitements thermiques: .....	19
1.4.2.1. Comportement thermique du bois .....	20
1.4.2.2. Torréfaction .....	21
1.4.2.3. Traitement thermique aux huiles végétales .....	23
1.4.2.4. Traitement thermique au Bioester : .....	25
1.5. EFFET DES CARACTÉRISTIQUES DES FIBRES SUR LES PROPRIÉTÉS DES CBP .....	26
1.5.1 Effet de la teneur en fibres .....	26
1.5.2 Influence de la nature et de la composition chimique des fibres .....	28

1.5.3	<i>Influence de la teneur en humidité</i> .....	29
1.6.	INFLUENCE D'UN TRAITEMENT THERMIQUE .....	31
1.6.1.	<i>Effet du traitement thermique sur l'hygroscopicité et la chimie de surface des CBP :</i> .....	31
1.6.2.	<i>Effet du traitement thermique sur les propriétés des CBP:</i> .....	33
CHAPITRE II APPROCHE MÉTHODOLOGIQUE.....		35
2.1.	OBJECTIFS .....	35
2.2.	HYPOTHÈSES.....	35
2.3.	MATÉRIEL ET MÉTHODES .....	36
2.3.1.	<i>Matériel</i> .....	36
2.3.1.1.	Essences de Bois : .....	36
2.3.1.2.	Le Biodiésel: .....	36
2.3.1.3.	Unité de traitement:.....	37
2.3.2.	<i>Méthodes</i> :.....	37
2.3.2.1.	Traitement biothermique du bois .....	38
2.3.2.2.	Préparation des fibres.....	40
2.3.2.3.	Caractérisation anatomique.....	40
2.3.2.4.	<i>Dispositif expérimental</i> .....	41
2.3.2.5.	Préparation des granules de CBP .....	42

2.3.2.6. Préparation des éprouvettes .....	43
2.3.2.7. Caractérisation mécanique .....	45
2.3.2.7.1. Essais de traction.....	45
2.3.2.7.2. Essais de Flexion.....	46
2.3.2.7.3. Test d'impact IZOD .....	48
2.3.2.8. Caractérisation des propriétés physiques .....	49
2.3.2.8.1. Absorption d'eau.....	49
2.3.2.8.2. Propriétés thermiques.....	50
2.3.2.9. Caractérisation des propriétés de la surface .....	52
2.3.2.9.1 Angle de contact - mouillabilité .....	52
2.3.2.9.2. Microscopie électronique à balayage :.....	54
2.3.2.9.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier .....	54
2.3.2.10. Analyse statistique :.....	55
2.3.2.11. Récapitulatif sur l'échantillonnage et les répétitions : .....	56
CHAPITRE III RÉSULTATS ET DISCUSSION .....	58
3.1. PROPRIÉTÉS GÉOMÉTRIQUES DES FIBRES.....	58
3.2. ANALYSES DE VARIANCE .....	60
3.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES .....	61

3.2.1. <i>Propriétés en traction</i> .....	61
3.2.2. <i>Propriétés en flexion</i> .....	66
3.2.3. <i>Énergie d'impact</i> .....	69
3.2.4. <i>Effet de l'agent de couplage sur les propriétés mécaniques des CBP</i> .....	70
3.3. PROPRIÉTÉS PHYSIQUES .....	76
3.3.1 <i>Stabilité dimensionnelle</i> .....	76
3.3.2 <i>Propriétés thermiques</i> .....	80
3.4. PROPRIÉTÉS DE SURFACE. ....	85
3.4.1 <i>Observation au microscope électronique à balayage</i> .....	85
3.4.2 <i>Angle de contact</i> .....	91
3.4.3 <i>Spectroscopie infrarouge</i> .....	93
3.4. SYNTHÈSE DES RÉSULTATS : .....	103
CONCLUSIONS.....	104
RÉFÉRENCES.....	107
ANNEXES A.....	122
ANNEXES B .....	123



## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Comparaison entre la résistance à la traction des fibres, de la matrice et du composite (Campbell 2010).....	3
Figure 1.2: Classification des composites basée sur le matériau de la matrice, (Adapté de Balasubramanian 2013) .....	4
Figure 1.3: Extrudeuse mono-vis (Trotignon 1996) .....	6
Figure 1.4: Principe de la méthode d'injection (Wielhorski 2009) .....	8
Figure 1.5: Composition de la paroi cellulaire (Forest Products Laboratory 2010) ....	9
Figure 1.6: Schéma démonstratif du pourcentage des composants principaux de la paroi cellulaire (Adapté de Area et al. 2014).....	10
Figure 1.7: Structure chimique partielle de la cellulose (Rowel 2012) .....	10
Figure 1.8: Monosaccharides des hémicelluloses : $\beta$ -D-Glucose, $\beta$ -D-Mannose, $\beta$ -D-Galactose, $\beta$ -D-Xylose, $\alpha$ -L-Arabinose et 4-O-Methylglucuronic acide (Rowell et al. 2005) .....	12
Figure 1.9: Exemple de structure d'un fragment de lignine du bois tendre (Adler 1997).....	13
Figure 1.10: Comparaison de l'efficacité de différents agents de couplage isocyanates (PMPPIC : polymethylene polyphenyl isocyanate, EIC : Ethyl isocyanate)	

en composite à base de PVC (Polychlorure de vinyle) et de CTMP (pâte chimico-thermomécanique) (Lu 2003).....	17
Figure 1.11: Mécanisme de torréfaction (Prins et al. 2006b).....	23
Figure 1.12: Mécanisme de traitement oléothermique du bois inspiré de celui mis au point par le CIRAD (2003).....	24
Figure 1.13: Variation du module d'élasticité (MOE) en fonction de la longueur des fibres avec la courbe de tendance (Adapté de Migneault et al. 2008).....	27
Figure 1.14: La variation: (a) du module d'élasticité en traction et en flexion, (b) la résistance maximale en traction et en flexion, pour des CBP à base de différents types de bois (Bouafif et al. 2009a) .....	29
Figure 1.15: Effet de l'absorption d'eau sur le module d'élasticité des CBP à base de 10%, 20% et 30% de bois (Adapté de Espert et al. 2004).....	30
Figure 2.1: Deux planches (pin gris et peuplier faux-tremble) à traiter thermiquement aux bioesters .....	36
Figure 2.2: Unité pilote de traitement thermique installée au SEREX .....	38
Figure 2.3: Démarche expérimentale appliquée sur le bois résineux (pin gris) et sur le bois feuillu (peuplier faux-tremble).....	39
Figure 2.4: Mise en place des planches de bois avant le traitement thermique .....	39
Figure 2.5: Broyeur à couteaux rotatifs de type Retsh SM300 .....	40
Figure 2.6 : Extrudeuse bi-vis et broyeur à couteau rotatif.....	42
Figure 2.7: Appareil d'injection miniature appelé MiniJet.....	44

Figure 2.8: Dispositif de mesure utilisé pour le test de traction .....	47
Figure 2.9: Dispositif de mesure utilisé pour le test de flexion .....	47
Figure 2.10: Dispositif d'essai d'impact IZOD .....	49
Figure 2.11: Appareil de calorimétrie différentielle à balayage .....	52
Figure 2.12: Schéma explicatif du principe de mesure de l'angle de contact (Woodward 2000).....	53
Figure 2.13 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour les mesures de l'angle de contact (Adapté de Kocaefe et al. 2008).....	53
Figure 2.14: Exemples d'échantillons de CBP métallisés .....	55
Figure 3.1: Variation du MOE (a) et du MOR (b) en traction du peuplier en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.....	65
Figure 3.2: Variation du MOE (a) et du MOR (b) en traction du pin gris en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.....	67
Figure 3.3: Variation du MOE (a) et du MOR (b) en flexion du peuplier en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.....	68
Figure 3.4: Variation du MOE (a) et du MOR (b) en flexion du pin gris en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min. ....	69
Figure 3.5: Variation de l'énergie d'impact du pin gris et du peuplier faux-tremble en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min. ....	71
Figure 3.6: Comparaison entre le MOE en traction du CBP avec agent de couplage et sans agent de couplage à base de fibres traitées et non traitées à différentes	

températures pendant 60 minutes du pin gris (a) et du peuplier faux-tremble (b) .....	72
---	----

Figure 3.7: Comparaison entre le MOE en traction du CBP avec agent de couplage et sans agent de couplage à base de fibres traitées et non traitées à différentes températures pendant 120 minutes du pin gris (a) et du peuplier faux-tremble (b) .....	73
---	----

Figure 3.8: Gonflement massique des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble en fonction de la température et du temps du traitement.....	77
--	----

Figure 3.9: Gonflement massique des CBP à base de fibres de pin gris en fonction de la température et du temps du traitement.....	77
---	----

Figure 3.10: Comparaison entre le gonflement massique des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble et de pin gris en fonction de la température et du temps du traitement .....	79
--	----

Figure 3.11: Variation de la température de fusion des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées) avec agent (a) et sans agent (b) de couplage. ....	82
--	----

Figure 3.12: Variation de la température de cristallisation des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées) avec agent (a) et sans agent (b) de couplage .....	83
---	----

Figure 3.13: Variation de la cristallinité des CBP avec agent et sans agent à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées) pendant 60 min. (a) et 120 min. (b) .....	84
--	----

Figure 3.14: Observations au microscope électronique à balayage d'un CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble, non traitées, avec (a) et sans (b) agent de couplage.....	87
Figure 3.15: Observations au microscope électronique à balayage d'un CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble, traitées à 200°C pendant 120 min, avec (a) et sans (b) agent de couplage.....	88
Figure 3.16: Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble traitées à 200°C pendant 120 min, sans agent de couplage .....	89
Figure 3.17: Observation microscopique à balayage d'un CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble traitées à 160°C pendant 60 minutes, avec agent de couplage.....	90
Figure 3.18: Relation entre l'angle de contact et le gonflement massique pour les deux espèces .....	93
Figure 3.19: Spectres infrarouges des fibres de peuplier faux-tremble traitées et non traitées à différentes températures pendant 60 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à 1739 cm <sup>-1</sup> . ....	96
Figure 3.20: Spectres infrarouges des fibres de peuplier faux-tremble non traitées et traitées à différentes températures pendant 120 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à 1741 cm <sup>-1</sup> .....	97
Figure 3.21: Spectres infrarouges des fibres de pin non traitées et traitées à différentes températures pendant 60 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à 1739 cm <sup>-1</sup> .....	99

Figure 3.22: Spectres infrarouges des fibres de pin non traitées et traitées à différentes températures pendant 120 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à $1745\text{ cm}^{-1}$ . .....	100
---	-----

Figure 3.23: Spectres infrarouges de CBP à base de peuplier faux-tremble non traité et traité à $200^{\circ}\text{C}$ pendant 120 min. ....	101
---	-----

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: Caractéristiques du polypropylène (PP) et du polyéthylène haute densité (PEHD) (Osso 1999) .....	14
Tableau 1.2: Variation de la résistance à la traction et le module d'élasticité entre CBP à base de bois traité et non traité (Ghasmi et al. 2010).....	18
Tableau 1.3 Variation du gain en poids et en épaisseur après trempage dans l'eau pendant une semaine (Ibach et al. 2001) .....	26
Tableau 2.1: Caractéristiques du biodiésel.....	37
Tableau 2.2: Tableau récapitulatif des pourcentages des composants dans les formulations préparées .....	41
Tableau 2.3: Paramètres d'injection des éprouvettes d'essais effectuée au CTMP ....	43
Tableau 2.4: Les paramètres d'injection effectuée au laboratoire .....	44
Tableau 2.5: Les normes utilisées pour les essais mécaniques et physiques .....	45
Tableau 2.6: Protocole opératoire pour l'essai de calorimétrie différentielle à balayage .....	51
Tableau 2.7 : Récapitulatif des échantillons et le nombre de répétitions pour les essais de caractérisation.....	57
Tableau 3.1: La longueur moyenne et le diamètre moyen des fibres broyées avant la fabrication des CBP pour les différents traitements.....	59

Tableau 3.2: Résultats des analyses de la variance (ANOVA) des propriétés physico-mécaniques .....	62
Tableau 3.3: Propriétés mécaniques des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées).....	63
Tableau 3.4: Propriétés mécaniques des CBP à base de fibres de pin gris (traitées et non traitées).....	64
Tableau 3.5: Gonflement massique des CBP à base de fibres de pin gris et de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées).....	76
Tableau 3.6: Résultats des études de la calorimétrie différentielle à balayage des CBP de fibres de peuplier faux-tremble avec et sans agent de couplage.....	80
Tableau 3.7: Résultats des mesures de l'angle de contact du CBP avec l'eau.....	92
Tableau 3.8: Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées. (Bouafif et al. 2008; Rowell et al. 2005; Migneault et al. 2015)....	94
Tableau B.1: Tableau récapitulatif des résultats des essais mécaniques, de l'absorption d'eau, de l'angle de contact et les résultats de la caractérisation thermique des CBP.....	121



## RÉSUMÉ

L'utilisation d'un traitement thermique fait partie des approches envisagées pour la modification chimique de la paroi cellulaire de la fibre de bois, influençant ainsi les propriétés physico-mécaniques de cette dernière, et essentiellement son hygroscopicité. L'objectif de ce projet est d'étudier l'effet d'un prétraitement thermique des fibres de bois sur les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des composites bois-plastiques (CBP).

Un traitement thermique par le biodiesel, obtenu par estérification des huiles usagées, a été effectué, à trois températures différentes (160, 180 et 200°C), sur des échantillons de bois de pin gris et de peuplier faux-tremble. Pour chaque température, deux temps de traitement ont été considérés (60 et 120 min). Après le traitement, le bois a été broyé afin de servir à la fabrication des CBP. Ces derniers ont été fabriqués selon 28 formulations, soit 14 formulations avec un agent de couplage (polyéthylène greffé à l'anhydride maléique) et 14 autres sans agent de couplage. La proportion de fibres utilisées pour toutes les formulations est de 40% en poids. Pour chaque formulation, des granules ont été produites par un procédé d'extrusion. Ensuite, les granules ont été utilisées pour préparer des éprouvettes d'essais par injection (CBP). Les éprouvettes ont servi pour évaluer les propriétés de surface et les propriétés physico-mécaniques des CBP.

Les résultats montrent que les propriétés mécaniques ont été réduites à cause du traitement thermique des fibres. Toutefois, il s'est avéré qu'un traitement à 200°C améliore l'adhésion entre les fibres et la matrice ainsi que les propriétés mécaniques, ce qui a été confirmé par les observations microscopiques. Le taux de cristallinité varie à des températures élevées et l'influence du traitement varie avec et sans l'utilisation d'un agent de couplage. Comme prévu, l'hygroscopicité des CBP a diminué grâce au traitement des fibres. Au niveau de la chimie de surface, la dégradation de l'hémicellulose a été remarquée, accompagnée par la formation des groupements carbonyles grâce à la réaction d'estérification, ce qui est considéré comme étant la cause principale de la diminution de l'hygroscopicité et la diminution des propriétés mécaniques.

## ABSTRACT

Heat treatment is among the proposed approaches for the chemical modification of the cell wall of wood fibers as it changes its physical and mechanical properties mainly its hygroscopicity. The objective of this project is to study the effects of a thermal treatment on wood fibers and on the physical, mechanical and thermal properties of wood- plastic composites (WPC).

Wood samples from jack pine and aspen were treated using a biothermal process at three different temperatures (160, 180 and 200°C) and two residence times (60 and 120 min). The treated wood samples were milled for WPC manufacturing. A total of 28 formulations were tested, 14 with a coupling agent (polyethylene grafted with maleic anhydride) and 14 without a coupling agent. A proportion of 40% in weight of fibers was incorporated in all formulations. The pellets were produced by extrusion. These pellets were used for WPC test specimens preparation by an injection molding process. The specimens were used to characterize the surface, physical and mechanical properties of WPC.

The results indicate that the thermal treatment of the fibers at 160 °C and 180 °C reduced the WPC mechanical properties. However, the treatment at 200°C improves the adhesion between the fibers and the matrix as well as the mechanical properties, which was confirmed by microscopic observations. Crystallinity rate varies at high temperatures and the influence of the treatment varies with and without the use of a coupling agent. As expected, the WPC hygroscopicity decreased by heat treatment of the fibers. For surface chemistry, degradation of the hemicellulose has been noted, accompanied by the formation of carbonyl groups through the esterification reaction.

## LISTE DES ACRONYMES

ASTM : American Society for Testing and Materials

A% : Taux d'absorption

$a_{IU}$  : Résistance au choc d'éprouvettes lisses

b : Largueur de l'échantillon

C : Carbone

CIRAD : Centre international de recherche en agronomie pour le développement

CTMP : Chemo thermo-mechanical pulp

CBP : Composite bois-polymère

DSC : Calorimétrie différentielle à balayage

E : module d'élasticité en traction

$E_f$  : Module d'élasticité en flexion

$E_c$  : Énergie absorbée par le choc en joules

F<sub>m</sub> : Force maximale ;

F<sub>p</sub> : Force mesurée à la limite proportionnelle

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

H : Hydrogène

h : Épaisseur de l'échantillon

ISO : Organisation internationale de normalisation

$L_0$  : Longueur initiale

$L_f$  : Longueur entre appuis

MDF : Panneau de fibre à densité moyenne

ML : Lamelle moyenne

MOE : Module d'élasticité

MOR : Module de la rupture

MEB : Microscope électronique à balayage

$M_{\text{eau}}$  : Masse de l'eau ;

$M_i$  : Masse du composite à l'état initial ;

$M_h$  : Masse du composite humide ;

$M_0$  : Masse du composite à l'état anhydre

N : Azote

O : Oxygène

OHT : Oil heat treatment

P : Paroi primaire

PP : Polypropylène

PEHD : Polyéthylène haute densité

PVC : Polychlorure de vinyle

PEMA : Polyéthylène greffé à l'anhydride maléique

R<sub>m</sub> : Résistance à la traction

$R_{mf}$  : Résistance en flexion

SEREX : Service de recherche et d'expertise en transformation des produits forestiers

t : Temps

T : Température

T<sub>c</sub> : Température de cristallisation

T<sub>f</sub> : Température de fusion

WPC : Wood plastic composite

XPS : Spectroscopie de photoélectrons avec rayons X

X<sub>c</sub> : Taux de cristallinité

ΔL: Allongement

$\Delta H_f$  : Enthalpie de fusion spécifique du polymère utilisé,

$\Delta H_f^\circ$  : Enthalpie de fusion du polymère 100% cristallin à la température d'équilibre thermodynamique

$\varepsilon_T$  : Allongement à la rupture

$\varepsilon_f$  : Déformation maximale en flexion

$\omega$  : Fraction massique du PEHD dans le composite

## INTRODUCTION

Les matériaux composites présentent la meilleure concrétisation du dicton « la nécessité est mère de l'invention ». Les industries, dans différents domaines, que ce soit aérospatial, aéronautique, automobile ou même dans le domaine de la construction, ont eu recours aux matériaux composites pour résoudre des problèmes critiques, vu les caractéristiques intéressantes que ces matériaux peuvent avoir, encourageant ainsi les scientifiques à donner plus d'attention à ces matériaux.

On s'intéresse de plus en plus aux composites bois-polymères (CBP) à cause de leurs propriétés physiques et mécaniques intéressantes, mais aussi à cause de leur coût de production relativement faible. En Amérique du Nord, la production de ces matériaux est en croissance. Elle devrait atteindre 4,8 M de tonnes en 2016 (CRIQ 2013). Ces matériaux à base de fibres de bois sont sur le point de remplacer les panneaux de particules et les panneaux de fibres à moyenne densité (MDF), en raison de leur stabilité dimensionnelle et de leur meilleure résistance à l'humidité (Falk et al. 1999).

Bien que l'incorporation du plastique assure une meilleure résistance à l'humidité, les conditions climatiques critiques en Amérique du Nord et la capacité du bois à absorber l'humidité nous poussent à viser une meilleure hydrophobicité des CBP. On sait aussi que l'adhésion entre la matrice polymérique et les fibres de bois reste à améliorer malgré l'apport de l'utilisation d'un agent de couplage. Afin de résoudre ces deux problèmes, plusieurs traitements préalables du bois ont été envisagés, qu'ils soient chimiques ou thermiques. Ces traitements ont pour but de modifier la structure chimique de la surface des fibres dans l'optique d'améliorer l'adhésion et de diminuer l'hygroscopicité du bois, par conséquent, celle des CBP.

L'amélioration de ces propriétés permettra d'élargir les domaines d'utilisation des CBP, essentiellement à l'extérieur et dans des endroits très humides.

Dans ce projet, les effets d'un prétraitement thermique des fibres sur l'hydrophobicité, sur les propriétés mécaniques et physiques et sur leur adhésion dans la matrice plastique ont été étudiés. Afin de mieux analyser et étudier ces effets, on a utilisé des fibres issues de deux essences du bois, le pin gris (*Pinus Banksiana*) et le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides* Michx). Le bois a été traité par les bioesters à trois températures différentes avec deux temps de traitement. Au niveau de la composition, le même pourcentage de fibres incorporées a été gardé pour tous les mélanges.

Dans le premier chapitre, nous introduirons les notions théoriques qui aideront à mieux comprendre et situer la problématique étudiée et le sujet en général. Nous nous intéresserons ensuite aux résultats en nous appuyant sur les publications scientifiques pertinentes au sujet. Dans le deuxième chapitre, nous définirons les objectifs de notre recherche ainsi que les matériaux utilisés et les méthodes suivies. Nous présenterons et analyserons ensuite les résultats obtenus dans un troisième chapitre et nous finirons par présenter les conclusions générales.

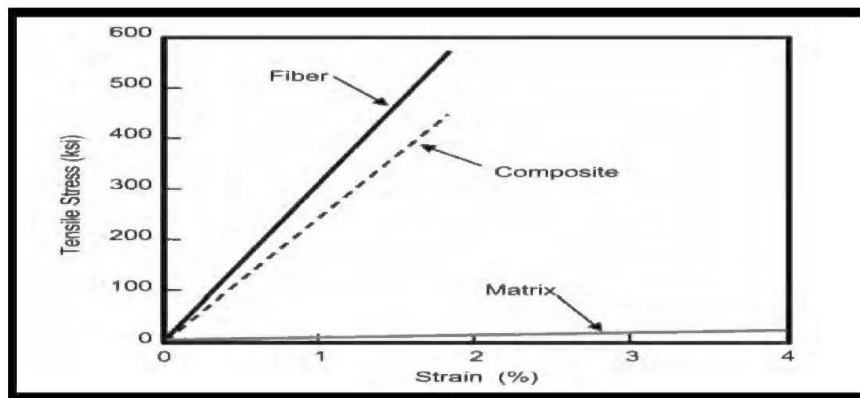


## CHAPITRE I

### REVUE DE LITTÉRATURE

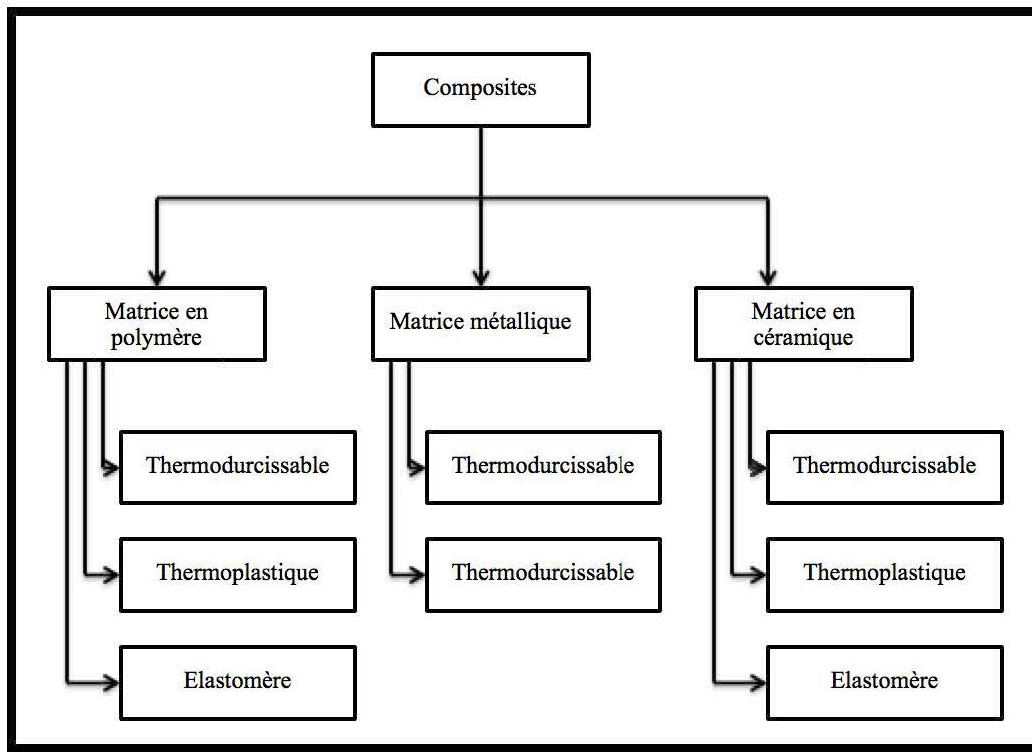
#### *1.1. Généralités sur les matériaux composites*

Un matériau composite est fabriqué à partir de deux composants ou plus, constituant une matrice et un renfort. Le matériau obtenu possède des caractéristiques différentes de celles des matériaux qui le constituent, pris séparément (Campbell 2010). Les principaux avantages qui nous poussent à utiliser des matériaux composites sont : la facilité d'usinage, la formabilité, leur rigidité, leur densité, leur résistance relativement élevées ainsi que leur légèreté. La figure 1.1 illustre la différence entre la résistance des matériaux composites et celle des matériaux qui le constituent.



**Figure 1.1:** Comparaison entre la résistance à la traction des fibres, de la matrice et du composite (Campbell 2010)

Il existe plusieurs types de matériaux composites que l'on peut classer selon la matrice : composites à matrice plastique, composites à matrice métallique et composites à matrice céramique (Balasubramanian 2013). Chaque famille de composite a ses sous-familles comme l'illustre la figure 1.2.



**Figure 1.2:** Classification des composites basée sur le matériau de la matrice,  
(Adapté de Balasubramanian 2013)

## 1.2. Les composites bois-polymères

### 1.2.1 Généralités

Parmi les composites à base de bois, nous nous intéresserons essentiellement aux composites bois-polymère. Ce matériau est formé de deux composants principaux : le bois, qui est un élément de remplissage (charge) et/ou de renfort, et le polymère, qui joue le rôle de la matrice. Le bois est généralement incorporé sous forme de fibres ou sous forme de particules dépendamment des propriétés désirées. L'utilisation des fibres a généralement pour but l'amélioration des propriétés mécaniques (Stark et al. 2010). La formation du composite bois-polymère se résume dans la polymérisation d'un monomère dans les pores vides du bois. Le polymère ainsi formé va jouer

plusieurs rôles, dont le rôle du protecteur contre les attaques de l'eau et des micro-organismes (Baysal et al. 2007; Hashizume et al. 1988).

### *1.2.2. Domaines d'utilisation :*

L'utilisation des CBP a remarquablement augmenté depuis quelques années. Les CBP sont en train de remplacer plusieurs autres matériaux tels que le bois naturel, les plastiques et les composites à base de fibres de verre. Cette concurrence se manifeste au niveau de plusieurs applications, qu'elles soient intérieures (cadres de porte ou planchers), ou extérieures (meubles de jardin ou terrasses).

Dans une étude du marché réalisée par le centre de recherche industrielle du Québec en 2013 (CRIQ 2013), on mentionne que le marché global des CBP a été évalué à 2,4 M de tonnes en 2011 et on estime qu'il devrait doubler en 2016. Cette étude vient dans le cadre d'une stratégie de revitalisation de la filière de la forêt feuillue québécoise envisagée par le ministère des ressources naturelles (MRN). Le CBP a été proposé parmi 10 produits qui devraient nécessiter une consommation annuelle de 100 000 à 250 000 m<sup>3</sup> de bois.

Il faut noter aussi que les CBP ne cessent de susciter l'attention des industriels et commencent à toucher à des domaines assez complexes et importants comme l'ingénierie de pointe. Le progrès que ces matériaux ont atteint au niveau de leurs propriétés (durabilité et propriétés mécaniques) explique l'augmentation de leur utilisation. On peut diviser le domaine d'utilisation des CBP en quatre groupes (Yongfeng 2011; CRIQ 2003):

- les matériaux de construction,
- les matériaux de transport,
- le matériel militaire
- et les composants de meubles

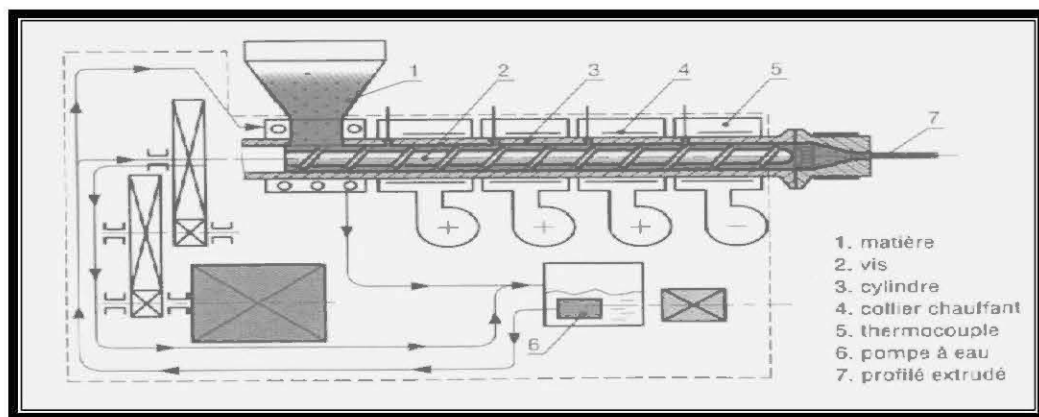
### 1.2.3. Mise en forme :

Plusieurs méthodes et procédés de fabrication ont été adoptés pour la mise en forme des composites bois-polymère. Dans ce qui suit, nous présentons quelques exemples :

#### 1.2.3.1. Extrusion

Les extrudeuses sont principalement de deux types : mono-vis et bis-vis. La figure 1.3 présente une extrudeuse monovis avec une description de ses différentes composantes. Le principe est tout simplement celui d'une vis sans fin. La matière est introduite sous forme de granules ou de farine. La rotation de la vis guide le mouvement de la matière de l'entrée jusqu'à la sortie de la filière. Cette vis comporte trois zones principales (Soucy 2007) :

- Zone d'alimentation : elle est caractérisée par des filets profonds. Dans cette zone, la chaleur dégagée par les cylindres autour de la vis fait fondre la matière.
- Zone de compression : les filets sont moins profonds, d'où une friction assez importante. Dans cette zone, la matière est totalement fondue.
- Zone de pompage : la dernière zone, là où la matière est bien homogénéisée et poussée vers la sortie.



**Figure 1.3:** Extrudeuse mono-vis (Trotignon 1996)

### 1.2.3.2. *Moulage par injection*

Le moulage par injection est l'une des méthodes les plus importantes appliquées pour former des produits en plastique, surtout de coque mince. Parmi les avantages du moulage par injection, on cite (Oktem et al. 2007):

- Court cycle de fabrication,
- Faible coût
- Un bon état de surfaces et de bonnes propriétés mécaniques du produit final.

Ce qui diffère entre ce procédé de fabrication et l'extrusion, c'est que la vis dans ce procédé de mise en forme joue un autre rôle très important qui est le rôle d'un piston. Une fois la matière arrivée à la troisième zone, la vis recule en dosant une quantité bien définie de matière qui sera ensuite injectée dans un moule pour la mise en forme. Ceci représente une autre différence par rapport à l'extrusion, au terme de laquelle le produit final est sous forme d'un profilé bien déterminé. Ce procédé nous permet donc de fabriquer des pièces de géométrie plus complexes et de meilleure qualité vu que les fibres de bois sont mieux orientées (Beg 2007). La figure 1.4 présente les étapes du procédé par injection.

### 1.2.3.3. *Thermo-consolidation*

Ce procédé sert essentiellement à fabriquer des panneaux agglomérés à base de particules ou de fibres de bois. Dans ce procédé de fabrication, on utilise principalement les résines thermodurcissables. Cependant, les résines thermoplastiques sont également utilisées malgré les difficultés que l'on peut rencontrer (Falk et al. 1999). Le procédé de fabrication des panneaux agglomérés à base de bois comporte plusieurs autres étapes que la thermo-consolidation soit le: soit le défibrage et le séchage des copeaux (ou du bois), l'encollage et la formation du matelas fibreux, le pré-pressage du matelas, le pressage à chaud (thermo-

consolidation), la découpe et la finition.

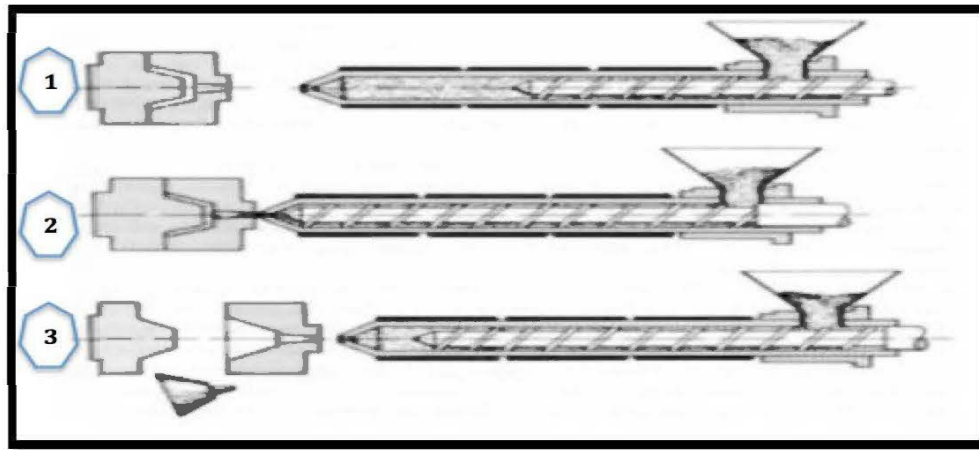


Figure 1.4: Principe de la méthode d'injection (Wielhorski 2009)

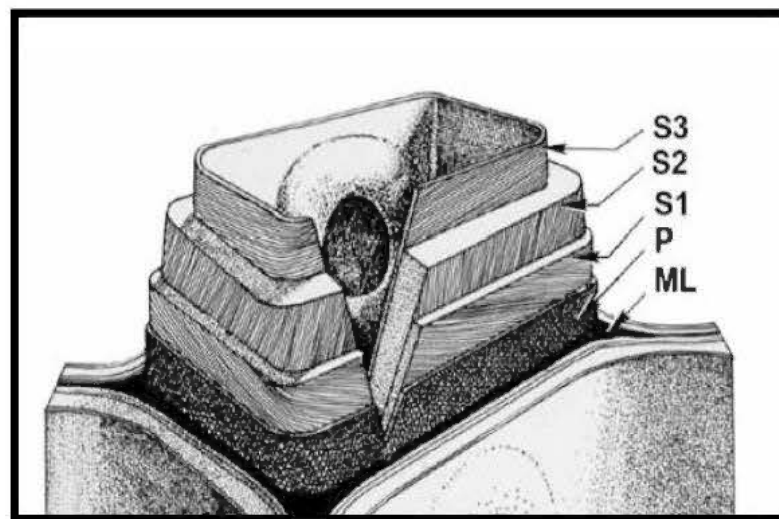
Bledzki et al. (1998) ont rapporté que les CBP fabriqués par thermo-consolidation présentent de meilleures propriétés que celles des panneaux MDF. Dans cette étude, ils ont conclu que la nature du bois, et du polymère utilisé, avec la quantité incorporée dans le mélange sont des paramètres très importants et qui influent sur les propriétés du produit final. Youngquist et al. (1992) ont mis l'accent sur la corrélation entre la densité du matériau utilisé et les propriétés du produit final. À noter que ce procédé est utilisé surtout dans le domaine de fabrication des pièces automobile.

### 1.3. Matières premières

#### 1.3.1 Les fibres de bois

Le bois a une composition chimique assez complexe. Elle est différente d'un bois résineux à un bois feuillu. De plus, dans une même espèce, elle diffère du bois d'aubier au duramen, du bois juvénile au bois mature et du bois initial au bois final. Globalement, on remarque la présence de parenchymes et de trachéides chez les conifères, alors que les feuillus sont caractérisés par les vaisseaux, les trachéides vasculaires et les fibres-trachéides.

À l'échelle microscopique, on se rend compte que la différence n'est pas si importante. Les parois cellulaires donnent au bois la plupart de ses propriétés. Elle se compose de trois régions principales: la lamelle moyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Sur la figure 1.5, on identifie ces régions comme la lamelle moyenne (ML), la paroi primaire (P) et, sur la surface de cette couche, des microfibrilles de cellulose orientées de façon aléatoire. À l'intérieur de la paroi primaire, on retrouve la paroi secondaire décomposée en trois couches: S1, S2 et S3. L'angle des microfibrilles de chaque couche est illustré de même que l'épaisseur relative des couches (FPL 2010).



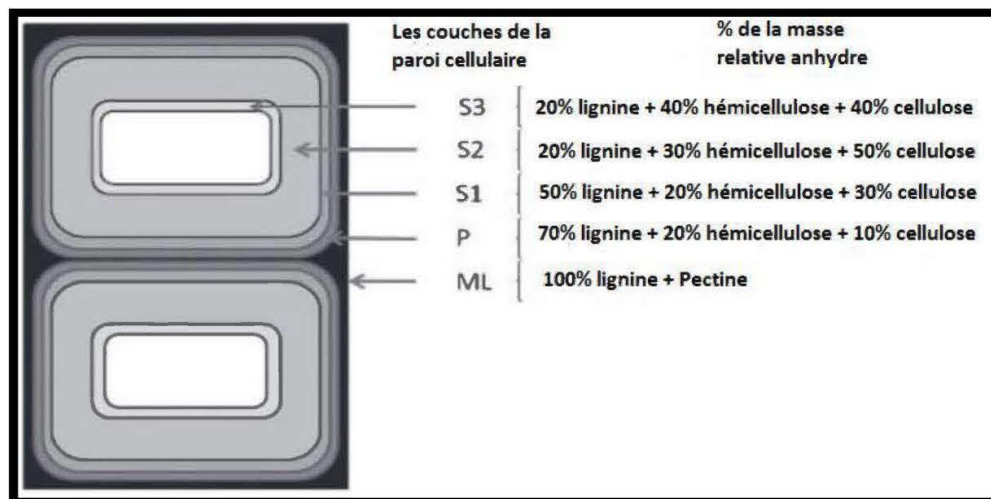
**Figure 1.5:** Composition de la paroi cellulaire (Forest Products Laboratory 2010)

Dans chaque région, la paroi de la cellule comporte trois composants principaux: la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. La proportion de chaque composant varie d'une région à une autre. La figure 1.6 montre bien cette variation.

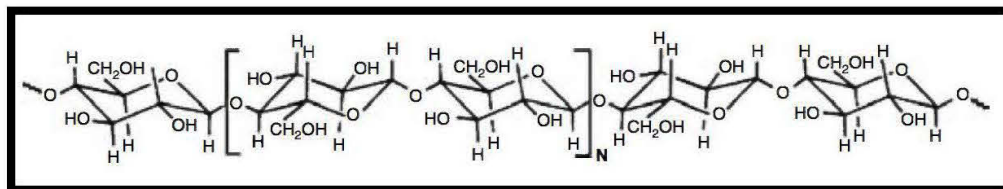
#### *1.3.1.1. Cellulose*

La cellulose est le produit chimique organique le plus abondant sur terre. Celle-ci est constituée de blocs de cellobiose, puisque le motif récurrent dans la cellulose est une

unité de deux sucres. La figure 1.7 illustre la structure chimique de la cellulose. Sa formule chimique est  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , avec n variant entre 200 et 3000 (Rowel 2005).



**Figure 1.6:** Schéma démonstratif du pourcentage des composants principaux de la paroi cellulaire (Adapté de Area et al. 2014)



**Figure 1.7:** Structure chimique partielle de la cellulose (Rowel 2012)

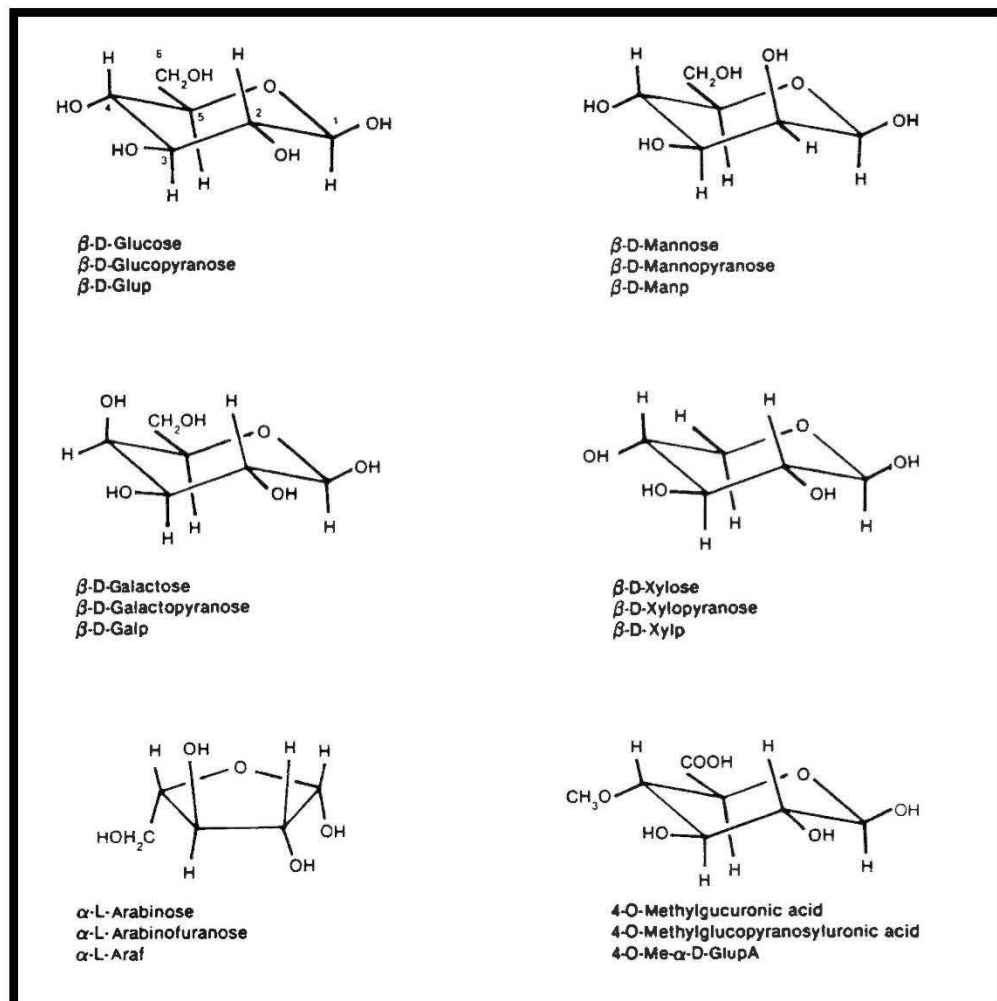
Les molécules de cellulose sont orientées de manière aléatoire et ont tendance à former des liaisons hydrogène intra et intermoléculaires. Comme la densité de tassement de cellulose augmente, des régions cristallines sont formées. La plus grande partie de la cellulose de bois dérivé est hautement cristalline; en effet, elle peut contenir jusqu'à 65% de régions cristallines (Rowel 2005). La portion restante a une densité de tassement plus faible et est désignée comme cellulose amorphe.



Il y a plusieurs types de cellulose dans le bois: cristalline et non cristalline, accessible et non accessible. Les termes « accessible » et « non accessible » réfèrent à la disponibilité de la cellulose à l'eau, micro-organismes, etc. Ce sont seulement les surfaces de la cellulose cristalline qui sont accessibles. La plupart de la cellulose non cristalline est accessible. Toutefois, une partie de la cellulose non cristalline est couverte avec de l'hémicellulose et de la lignine, ce qui la rend non accessible. Les concepts de cellulose accessible et non accessible sont très importants dans l'absorption de l'humidité, dans la fabrication de la pâte, dans le cadre de la modification chimique et dans les extractions et interactions avec les micro-organismes (Rowel 2005).

#### *1.3.1.2. Hémicellulose*

L'hémicellulose est un polymère ramifié, de faible poids moléculaire et composé de cinq ou six sucres. Des exemples de monosaccharides d'hémicelluloses sont présentés à la figure 1.8. Le nombre de monomères de glucose qui se combinent pour créer l'hémicellulose varie entre 100 et 300. Ils sont également moins ordonnés que la cellulose, bien que certains puissent former des unités cristallines. Les hémicelluloses sont désignées par les sucres qu'elles contiennent. Les hémicelluloses peuvent également contenir des groupes carboxyles, acétyles et des groupes méthyles substitués. Les structures détaillées de la plupart des hémicelluloses de bois n'ont pas été déterminées: seuls les rapports de sucres que ces polysaccharides contiennent ont été déterminés. Les hémicelluloses semblent agir comme agents de couplage entre la surface interfaciale hautement polaire des microfibrilles et la matrice de lignine beaucoup moins polaire (Yongfeng 2011).



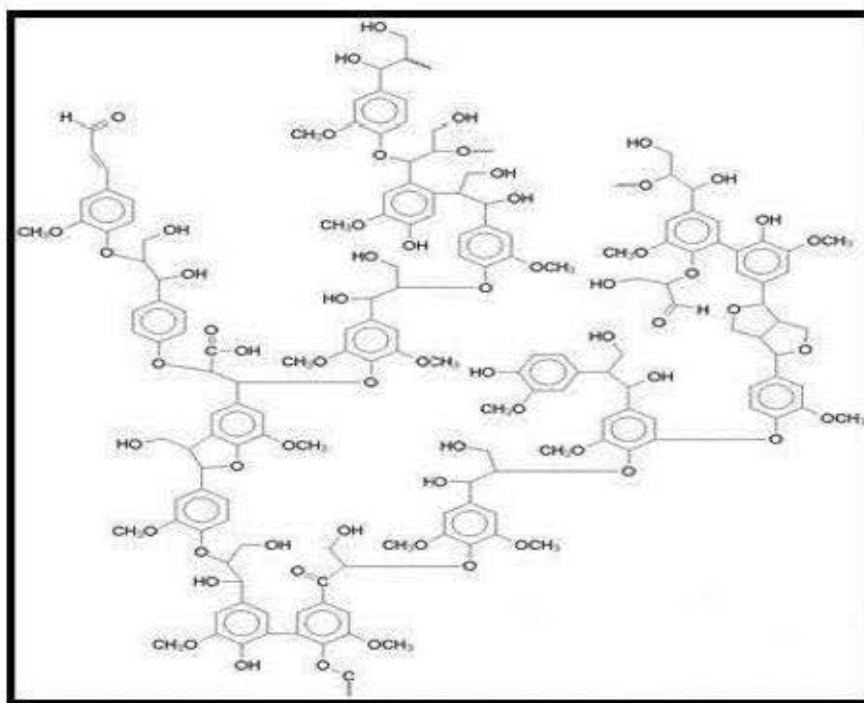
**Figure 1.8:** Monosaccharides des hémicelluloses :  $\beta$ -D-Glucose,  $\beta$ -D-Mannose,  $\beta$ -D-Galactose,  $\beta$ -D-Xylose,  $\alpha$ -L-Arabinose et 4-O-Methylglucuronic acide (Rowell et al. 2005)

### 1.3.1.3. Lignine

La lignine est un polymère hydrophobe qui se situe entre les microfibrilles de cellulose et d'hémicellulose jouant le rôle d'un liant qui permet de les fixer les uns aux autres afin de former la paroi cellulaire. Ainsi, le bois peut être considéré comme

un matériau composite, avec la cellulose représentant le renfort et la lignine jouant le rôle de la matrice (Rowell et al. 2005 ; Guo et al. 2001).

La lignine est un des biopolymères les plus abondants. Malgré cela, la lignine reste différente des autres biomolécules; ce n'est ni un polysaccharide, ni un lipide, ni une protéine, ni un nucléotide. Elle a la structure la plus complexe parmi les polymères d'origine naturelle, avec un mélange de groupes aromatiques et aliphatiques. Ce n'est pas un polymère linéaire comme la cellulose ou un polymère ramifié comme l'hémicellulose et la pectine, mais plutôt un polymère de trois dimensions (Rowell et al. 2012; FPL 2010). La figure 1.9 illustre un exemple de structure tridimensionnelle d'un fragment de lignine du bois tendre.



**Figure 1.9:** Exemple de structure d'un fragment de lignine du bois tendre (Adler 1997)

### 1.3.2. Les matrices polymères :

Deux familles de matériaux polymères sont généralement utilisées pour la fabrication des composites bois-polymère : les thermodurcissables et les thermoplastiques. La différence principale entre ces deux familles est qu'une fois la polymérisation faite, elle est irréversible pour les thermodurcissables. Ces derniers ne peuvent être mis en œuvre qu'une seule fois, alors que les thermoplastiques peuvent être utilisés plusieurs fois sous l'effet de la température. Les thermoplastiques eux-mêmes sont divisés en plusieurs familles. La famille la plus utilisée est celle des polyoléfinés comme le polyéthylène PE sous ses deux formes, haute et basse densité, et le polypropylène PP. Ces deux groupes présentent plusieurs avantages comme leur prix relativement bas, leur stabilité dimensionnelle due à leur caractère hydrophobe et leur insolubilité dans les acides et les bases à une température inférieure à 60°C (Trotignon et al. 1996). Dans le tableau 1.1, on présente quelque caractéristique du polyéthylène haute densité PEHD et du polypropylène PP.

**Tableau 1.1:** Caractéristiques du polypropylène (PP) et du polyéthylène haute densité (PEHD) (Osso 1999)

Propriétés	Polymère	
	PP	PEHD
Température de transition vitreuse (Tg) en °C	5	-100
Température de fusion (Tf) en °C	165	134
Densité	0,92	0,95
Module d'élasticité E en MPa	1,2	1,1

### 1.3.3. *Agent de couplage et adhésion*

Dans les matériaux composites de type bois-polymère, l'adhésion et la compatibilité entre les fibres de bois et la matrice polymérique ont été largement étudiées. Les renforts polaires et la matrice apolaire sont faiblement compatibles. Les propriétés de la chimie de surface du bois jouent un rôle important dans le phénomène d'adhésion (Rowell et al. 2005). Les mécanismes d'adhésion entre les fibres et la matrice polymère peuvent être résumés en 3 types : adhésion mécanique et liaison covalente qui expliquent surtout l'adhésion entre les fibres et les matrices thermodurcissables et finalement les liaisons secondaires qui sont plus représentatives de l'adhésion fibre/matrice thermoplastique (Lu 2003; Bouafif 2009).

Pour améliorer la compatibilité, la modification de la surface des fibres était le chemin le plus suivi par (Matuana et al. 1998; Razi et al. 1999). Les méthodes les plus reconnues sont la modification chimique des fibres, qui consiste essentiellement à remplacer les groupements hydroxyles par des groupements fonctionnels; le revêtement des fibres et le traitement thermique (Rowell 2004).

L'utilisation d'agent de couplage a été à son tour largement étudié pour la résolution du problème de l'adhésion dans les composites bois-polymère. La figure 1.10 illustre une comparaison entre l'efficacité de différents agents de couplage sur des composites à base de Polychlorure de vinyle (PVC) et des composites à base de pâte chimico-thermomécanique (Lu 2003). Le rôle de l'agent est de faire un pont entre les renforts et la matrice grâce aux groupes fonctionnels qui réagissent avec les groupes hydroxyles de la cellulose et de la lignine (Lu et al. 2007). Ce rôle est expliqué par trois mécanismes : les liaisons secondaires telles que les liaisons hydrogènes (Raj et al. 1988), les liaisons covalentes et finalement l'enchevêtrement moléculaire. À titre d'exemple, Bouafif (2009) affirme que les polymères fonctionnalisés avec l'anhydride maléique se greffent généralement au niveau de l'interface bois/thermoplastique. Les groupes fonctionnels interagissent ou réagissent chimiquement avec la surface du

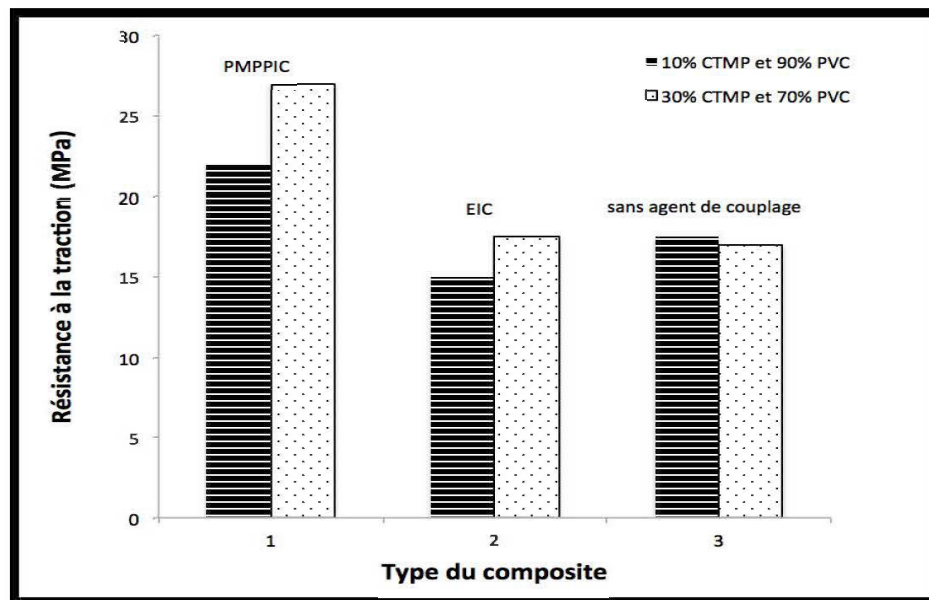
bois et les longues chaînes alkyles se diffusent dans la matrice. On trouve essentiellement trois familles d'agents de couplage (Lu 2003):

- organiques, dont les anhydrides et les amides ;
- inorganiques, dont les silicates ;
- organiques-inorganiques dont les silanes et les titanates.

Finalement, l'estérification a été adoptée pour améliorer la compatibilité et l'adhésion entre les fibres de bois et la matrice polymérique. Cette méthode consiste à remplacer les groupements hydroxyles à la surface par des groupements esters grâce à une addition nucléophile d'un groupement anhydride (Lu 2003 ; Matuana et al. 2001).

#### *1.4. Traitements des fibres*

Vu le caractère hydrophobe des polymères thermoplastiques et celui hydrophile des fibres de bois, une très grande importance a toujours été accordée à l'étude de l'adhésion entre le renfort et la matrice dans les CBP. Différents traitements ont été appliqués sur les fibres de bois dans le but d'améliorer cette adhésion et, en quelque sorte, chercher un caractère hydrophobe aussi pour les fibres. Les traitements qui ont été appliqués sur les fibres peuvent être classés dans deux grandes familles : les traitements chimiques et les traitements thermiques. Dans les deux cas, le traitement a une influence assez importante sur les propriétés des CBP (Gasmi et al. 2010; Beg et al. (2006) ; Ayilimis et al. 2011).



**Figure 1.10:** Comparaison de l'efficacité de différents agents de couplage isocyanates (PMPPIC : polyméthylène polyphényl isocyanate, EIC : Ethyl isocyanate) en composite à base de PVC (Polychlorure de vinyle) et de CTMP (pâte chimico-thermomécanique) (Lu 2003)

#### 1.4.1. Traitements chimiques :

La modification chimique du bois a été largement utilisée dans la fabrication des composites bois-polymère (CBP). Afin de rendre les fibres en bois à caractère polaires plus compatibles avec les polymères thermoplastiques non-polaires (Woodham et al. 1984), plusieurs méthodes ont été proposées. Des renforcements par le silane, un alcalin (NaOH), le chlorure de benzoyle et l'acide acrylique ont été étudiés par Gasmi et al. (2010). Ils ont rapporté que le traitement chimique des charges lignocellulosiques dans les CBP donne une meilleure dispersion de la charge dans la matrice de polymère et conduit à une résistance plus élevée. Le tableau 1.2 montre des améliorations substantielles du module d'élasticité des composites à base de bois traité avec différents produits chimiques.

**Tableau 1.2:** Variation de la résistance à la traction et le module d'élasticité entre CBP à base de bois traité et non traité (Ghasmi et al. 2010)

Modifications chimiques	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (MPa)
-	27,1	1540
Alcalin (NaOH)	28,3	1700
Le chlorure de benzoyle	26,2	1870
L'acide acrylique	23,4	2150
Le silane	24,2	2060

D'autre part, Rom et al. (2007) ont conclu, qu'un traitement des fibres avec du sulfate d'aluminium puis du stéarate de sodium permet d'avoir un angle de contact élevé et une faible rétention d'eau.

D'autres traitements ont été aussi appliqués aux fibres de bois pour améliorer les propriétés mécaniques des CBP et leur stabilité thermique. À titre d'exemple, Beg et al. (2006) ont examiné l'effet du prétraitement de la fibre avec du NaOH. Ils ont constaté que, malgré ce prétraitement provoque une diminution de la résistance à la traction, une amélioration du module de Young des CBP a été observée. Ceci a été expliqué par la réaction du NaOH avec les composants de la fibre, en particulier l'hémicellulose, qui conduit à la destruction de sa structure en maille. D'une autre part, ils ont remarqué que la porosité augmente en augmentant la concentration des alcalins, ce qui réduit la résistance des fibres. Özmen et al. (2013) ont apporté des modifications chimiques sur le pin sylvestre (*Pinus sylvestris*) en effectuant un traitement avec de l'acétate de vinyle (VA) et d'anhydride acétique (AA) en présence de carbonate de potassium en tant que catalyseur. Ils ont observé que l'acétylation de la farine de bois a permis une augmentation significative des propriétés mécaniques et



de la stabilité thermique. De plus, une meilleure dispersion de la farine dans la matrice a eu lieu.

#### *1.4.2. Traitements thermiques:*

Le traitement thermique du bois est utilisé pour plusieurs raisons, mais surtout dans le but d'améliorer la stabilité dimensionnelle et la durabilité du bois. En revanche, malgré ces effets positifs, il s'est avéré que ce type de traitement affecte les propriétés mécaniques (Rousset et al. 2004). Les traitements thermiques modifient également la surface des fibres et augmentent leur concentration d'oxygène par l'ajout de groupements carboxyles en surface (Felix et al. 1993). Ils deviennent particulièrement efficaces au-delà de 200°C, et cela est dû à la dégradation des hémicelluloses et à l'augmentation de la lignine de type Klason (Nuopponen et al. 2004). En revanche, ils sont rarement employés au-delà de 260°C.

Dans une étude menée par Tjeerdsma et Militz (2005) sur les changements chimiques que le bois peut subir à cause d'un traitement thermique, on a pu constater qu'à des hautes températures le nombre de groupements hydroxyles accessibles dans le bois est réduit considérablement. Cela s'explique par des réactions de réticulation ou recristallisation de la cellulose. D'autre part, l'augmentation de la quantité des groupes carbonyles indique que des réactions d'estérification ont eu lieu.

Selon Hakkou et al. (2006), l'augmentation de la durabilité du bois traité thermiquement est due, principalement, à la dégradation significative des hémicelluloses, qui constituent un des principaux éléments nutritifs des moisissures et aussi à l'augmentation du caractère hydrophobe, réduisant ainsi l'absorption d'eau par le bois et les milieux propices aux moisissures. La raison la plus probable, toujours selon Hakkou et al. (2006), est la plastification de la lignine qui conduit à une réorganisation des composants polymères lignocellulosiques de bois.

Principalement, cinq traitements thermiques existent actuellement à l'échelle

industriels : l'un en Finlande (ThermoWood), un en Hollande (Platon Wood), un en Allemagne (OHT-Oil heat treatment) et deux en France (Bois Perdure et Bois rectifié). Toutes ces méthodes se rejoignent sur le principe de contrôler 3 paramètres importants : la température du traitement, le temps du traitement et la vitesse de chauffage (Rousset 2004)

#### *1.4.2.1. Comportement thermique du bois*

Il est important de noter que les trois composants principaux du bois n'ont pas le même comportement thermique. L'hémicellulose se décompose entre 225 et 325°C, la cellulose, entre 305 et 375°C et la lignine, entre 250 et 500°C (Prins et al. 2006a). Le comportement du bois soumis à un traitement thermique a été largement étudié. Grill et al. (1993) affirment que quand on chauffe le bois vert la première fois, on observe une dilatation, généralement irréversible, dans la direction tangentielle et une contraction dans la direction radiale. Ils suggèrent aussi qu'elle est à l'origine de certaines déformations au cœur du bois en introduisant la notion de « recouvrance hygrothermique » où la transition vitreuse de la lignine joue un rôle important (Grill et al. 1993). Navi et al. (2005) affirme que la température de transition vitreuse de la lignine non sulfonée et non oxydée varie entre 140 et 190°C.

Norimoto (2001) a réalisé des traitements à haute température, entre 120 et 220°C, en présence et en absence d'air. Il a constaté, qu'en l'absence d'air, des structures cohésives entre les polymères des parois cellulaires ont été formées, et en plus, le traitement a induit une dégradation des polysaccharides.

Selon Hsu et al. (1989), les analyses chimiques des panneaux de bois traités thermiquement à 240°C indiquent que les changements chimiques des composants du bois dus au traitement thermique étaient négligeables. Ils ont constaté que la composition chimique, plus précisément la lignine de Klason et la teneur en polysaccharides des panneaux traités, n'ont pas montré de différences par rapport aux panneaux non traités. Par contre, Bourgois et al. (1989) ont remarqué une

augmentation du pourcentage de lignine de Klason pour le bois de pin avec un traitement thermique de 210°C à 270°C et aussi une augmentation de la décomposition des pentosanes en augmentant la température.

Dans une étude sur le bois de hêtre et d'épinette, Kamdem et al. (2002) ont constaté que le traitement thermique a causé une augmentation au niveau de la teneur en lignine. Ceci a été attribué aux pertes des hémicelluloses ou des hexoses et des pentoses fragiles pendant le traitement à haute température.

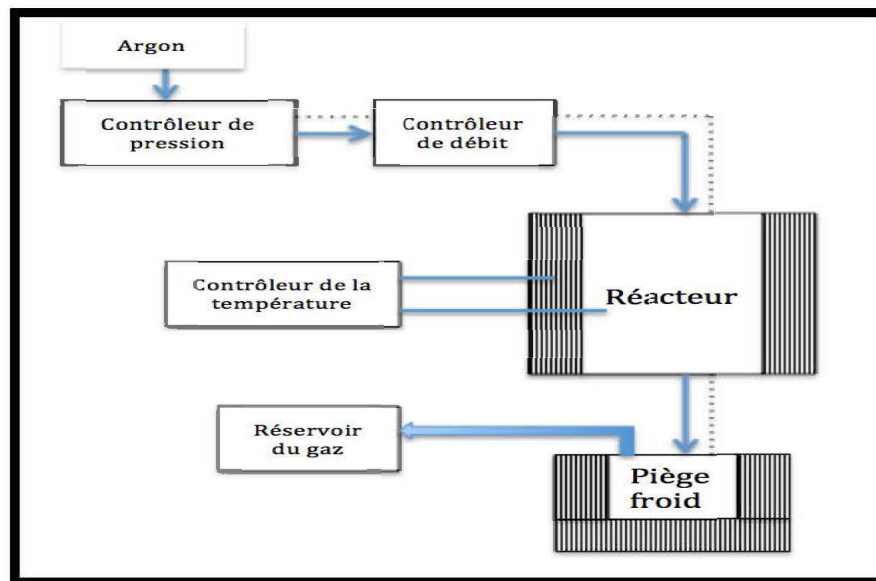
#### *1.4.2.2. Torréfaction*

La torréfaction est une étape de traitement thermique effectuée avec des températures allant de 220 à 300 °C, sous une atmosphère inerte, dont le but principal est la production d'un carburant (Prins et al. 2006a). Au cours de ce traitement, l'hémicellulose est décomposée et on remarque une perte de masse du bois causée par la déshydratation et la décarboxylation des réactifs. Ceci n'empêche pas la conservation d'une grande partie du pouvoir calorifique du bois traité (Prins et al. 2006a). Bourgois et al. (1988) ont effectué des analyses sur du bois traité et ils ont constaté qu'avec une élévation de la température, la fraction en Carbone augmente tandis que celle de l'Oxygène diminue. Les ratios de l'Hydrogène et du Nitrogène sont presque stables. De plus, le bois torréfié a montré une diminution drastique au niveau de son caractère hydrophile.

Des réactions complexes se produisent lors de la torréfaction du bois. Afin de comprendre la cinétique de ces réactions, plusieurs modèles cinétiques simplifiés sont généralement appliqués. Le modèle de Broido-Shafizadeh (Broido 1976; Bradbury et al. 1979; Varhegyi et al. 1994) est le plus utilisé pour la pyrolyse de la cellulose et de la biomasse à des températures supérieures à 300°C. Il se résume en une étape d'activation suivie de deux réactions ultérieures. Pour la décomposition de l'hémicellulose, une réaction globale à une étape donne une idée très approximative de la cinétique de la réaction, mais il est difficile de comparer les paramètres

régulièrement avec d'autres chercheurs (Di Blasi et al. 1997). Orfao et al. (1999) ont conclu que la décomposition de l'hémicellulose ne pouvait pas être modélisée par une cinétique simple. Les recherches effectuées sur les mécanismes de réaction en plusieurs étapes ont mieux expliqué le phénomène de décomposition de l'hémicellulose. Varhegyi et al. (1989; 1997) ont étudié la cinétique de la réaction de décomposition thermique du xylane et ils ont proposé un modèle avec deux réactions successives. Dans un tel modèle, le xylane est supposé former un produit réactionnel intermédiaire, qui est un solide ayant un degré de polymérisation réduit. La première réaction a été jugée beaucoup plus rapide que la seconde. Ces résultats ont été confirmés par Prins et al. (2006a). Ils résument la cinétique de la réaction de torréfaction de 230 à 300°C en un mécanisme à deux étapes: une représentant la décomposition de l'hémicellulose, plus rapide que la deuxième qui n'est autre que la décomposition de la cellulose.

La figure 1.11 présente le schéma mis en place de l'unité de torréfaction à l'échelle du laboratoire. Principalement, l'unité est constituée d'un réacteur à lit fixe en quartz placé à l'intérieur d'un four. Un flux continu d'argon est commandé avec un régulateur de débit. Le flux d'argon est utilisé afin de maintenir le système inerte et éliminer les produits volatils du réacteur. Les produits volatils sont divisés en une phase liquide et une phase gazeuse dans un piège froid. La biomasse est chauffée avec une vitesse de chauffage de 10 à 20°C/min jusqu'à la température de torréfaction. Après la période de chauffage isotherme, le réacteur est refroidi pendant environ 5 min avec de l'air sous pression jusqu'à ce que la température soit inférieure à 200°C.

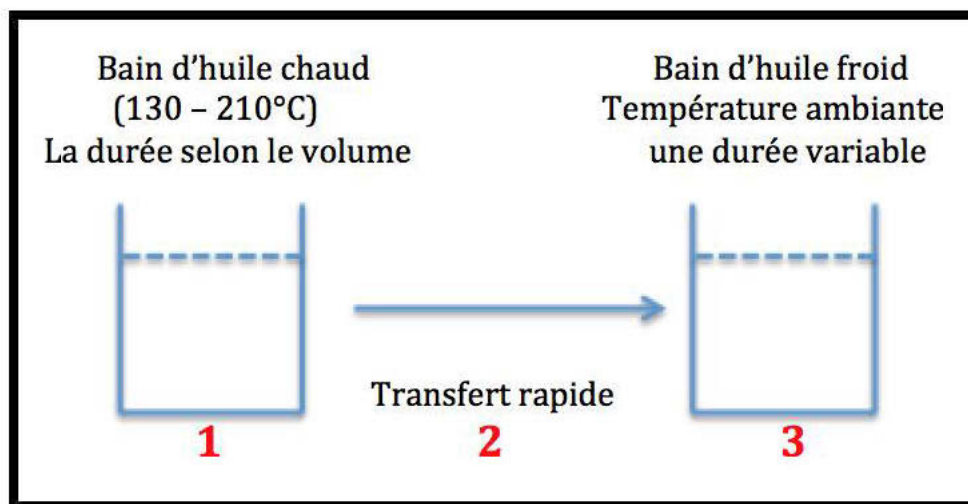


**Figure 1.11:** Mécanisme de torréfaction (Prins et al. 2006b)

#### 1.4.2.3. *Traitement thermique aux huiles végétales*

Ce type de traitement thermique s'appuie sur un procédé dont le principe consiste à traiter le bois à haute température en utilisant l'huile comme vecteur de chaleur. Selon les niveaux de la température, le traitement peut s'apparenter aux procédés de thermo-modifications du bois pour des niveaux de températures variant de 200 à 250°C ou aux procédés d'imprégnation par le principe de l'oléothermie pour des niveaux de températures relativement faibles. Le choix de l'un ou l'autre des deux procédés dépend de l'utilisation finale du bois.

L'oléothermie se résume par l'immersion du bois dans deux cuves, ou bains, contenant de l'huile végétale: un bain d'huile chauffée à des températures entre 130 et 210°C et l'autre, à des températures entre 10 et 90°C (CIRAD 2003). Il faut noter aussi que le temps d'imprégnation varie selon les dimensions du bois et la température de l'huile. La figure 1.12 présente le principe de ce traitement mis au point par le CIRAD forêt (Centre international de recherche en agronomie pour le développement).



**Figure 1.12:** Mécanisme de traitement oléothermique du bois inspiré de celui mis au point par le CIRAD (2003)

L'objectif de ce traitement est d'améliorer la stabilité dimensionnelle du bois et de le protéger contre la pourriture et les agents pathogènes (Sailer et al. 2000 ; Fang et al. 2010). Le traitement par oléothermie du bois présente plusieurs avantages :

- On peut l'appliquer directement sur du bois vert
- Le mécanisme est relativement simple et facile à mettre en place
- Les produits utilisés ont un faible impact sur l'environnement

Généralement, les traitements thermiques affectent négativement les propriétés mécaniques du bois (Boonstra et al. 2007 ; Shi et al. 2007). Une étude menée par Fang et al. (2010) sur la densification des placages de bois combinés avec un traitement de chauffage à l'huile a montré que, la dureté et la résistance à la traction diminuent, et la résistance à la flexion augmente légèrement à basse température puis diminue à une température élevée.

#### 1.4.2.4. *Traitement thermique au Bioester :*

Les procédés thermiques disponibles, tels que ceux cités précédemment, sont longs et doivent généralement être appliqués dans une atmosphère inerte et sous pression. Ces processus sont généralement très coûteux et nécessitent beaucoup d'énergie, et par conséquent, ne sont généralement pas accessibles pour les petites entreprises et les producteurs de bois tels que les producteurs de bois de palettes. Afin de remédier à ces inconvénients et d'autres, Chaala et Koubaa (2013) ont proposé un procédé de traitement thermique à base de bioesters. Ce procédé consiste à :

- 1- Placer le bois dans un réacteur récipient,
- 2- Chauffer les bioesters à une température prédéterminée,
- 3- Introduire les bioesters dans la cuve du réacteur jusqu'à ce que le produit en bois soit recouvert, tout en le conservant pendant une période prédéterminée
- 4- Retirer le produit du bois traité du réacteur récipient

L'utilisation des bioesters conduit à une réduction du temps de traitement, en fonction des dimensions de l'échantillon. Cela représente un avantage économique important en termes de consommation d'énergie. De plus, on peut utiliser des bioesters dérivés de produits recyclés, à partir par exemple des huiles végétales usées, le processus proposé est respectueux de l'environnement (Chaala et Koubaa 2013).

Ce procédé permet également de traiter des produits de volumes élevés en bois vert dans un temps relativement court. Bien que certains esters contenus dans les bioesters ont été testés comme agent de conservation du bois, la température élevée augmente davantage l'effet de conservation en améliorant la stabilité dimensionnelle du bois par réduction des groupes hydroxydes (Chaala et Koubaa 2013).

## 1.5. Effet des caractéristiques des fibres sur les propriétés des CBP

### 1.5.1 Effet de la teneur en fibres

Les fibres de bois représentent le renfort dans le composite bois-polymère. Elles peuvent être incorporées avec différentes proportions. Plusieurs études ont été réalisées sur l'influence de la quantité incorporée sur les propriétés des CBP. Généralement, l'augmentation de la proportion des fibres dans les composites améliore les propriétés du composite, mais ce n'est pas toujours vrai puisqu'après un maximum, l'ajout de fibres nuit aux propriétés du composite plus qu'il ne les améliore (Julson et al. 2004). Cela augmente leur capacité à l'absorption d'eau et leur fragilité contre les attaques des champignons (Ibach et al. 2001; Pendleton et al. 2002; Simonsen et al. 2004). Le tableau 1.3 présente l'effet de la teneur en fibres sur le gain en poids et en épaisseur des CBP. Plus la quantité de fibres utilisée est importante, plus le CBP absorbe de l'eau.

**Tableau 1.3** Variation du gain en poids et en épaisseur après trempage dans l'eau pendant une semaine (Ibach et al. 2001)

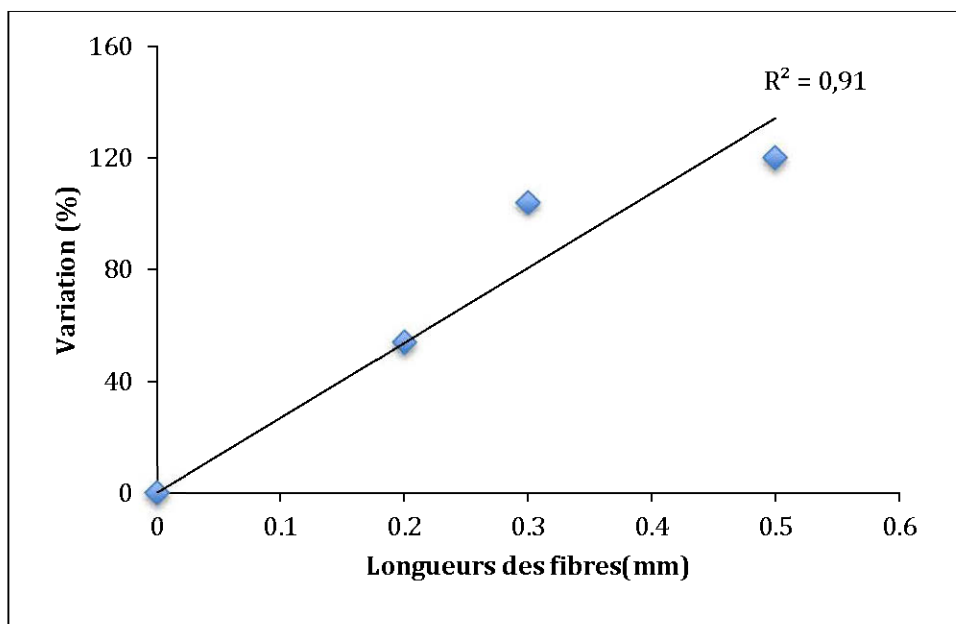
Échantillons	Trempage dans l'eau	
	Gain en poids (%)	Gain en épaisseur (%)
0/100	0,22	-1,2
50/50	8,6	3,7
60/40	10,9	7,4

D'autres études ont prouvé que la teneur en fibres a une influence sur la rhéologie des CBP, en d'autres termes sur la déformation et l'écoulement de ces matériaux. Li et al. (2004) ont constaté que plus le pourcentage des fibres augmente dans le mélange bois-polymère, plus le couple maximal augmente; ceci est dû à l'augmentation des contacts entre le renfort et la matrice (Li et al. 2004 ; 2005). Ceci a été confirmé par



Migneault et al. (2008).

Migneault et al. (2008) a rapporté que la longueur des fibres a une influence importante sur les propriétés rhéologiques des CBP. Il confirme aussi que l'augmentation de la longueur des fibres a des effets bénéfiques sur le module d'élasticité à la traction et à la flexion MOE et la ténacité de CBP. Comme le montre la figure 1.13, on passe d'une variation de 50% avec des fibres de longueur 0,2 mm à une variation de 100% juste à 0,3 mm.



**Figure 1.13:** Variation du module d'élasticité (MOE) en fonction de la longueur des fibres avec la courbe de tendance (Adapté de Migneault et al. 2008)

Outre la longueur des fibres, Migneault et al. (2014) ont confirmé que l'hygroscopicité, la résistance mécanique et la rigidité des CBP augmentent en fonction de la proportion des fibres. En revanche, l'allongement à la rupture et l'énergie d'impact diminuent à cause des changements au niveau du comportement viscoélastique des CBP et leur comportement fragile. Ces résultats concordent avec ceux trouvés par Panaitescu et al. (2005) qui ont rapporté que plus le taux de fibres de

sisal augmente, plus la résistance à la traction et le module d'élasticité en traction sont meilleurs.

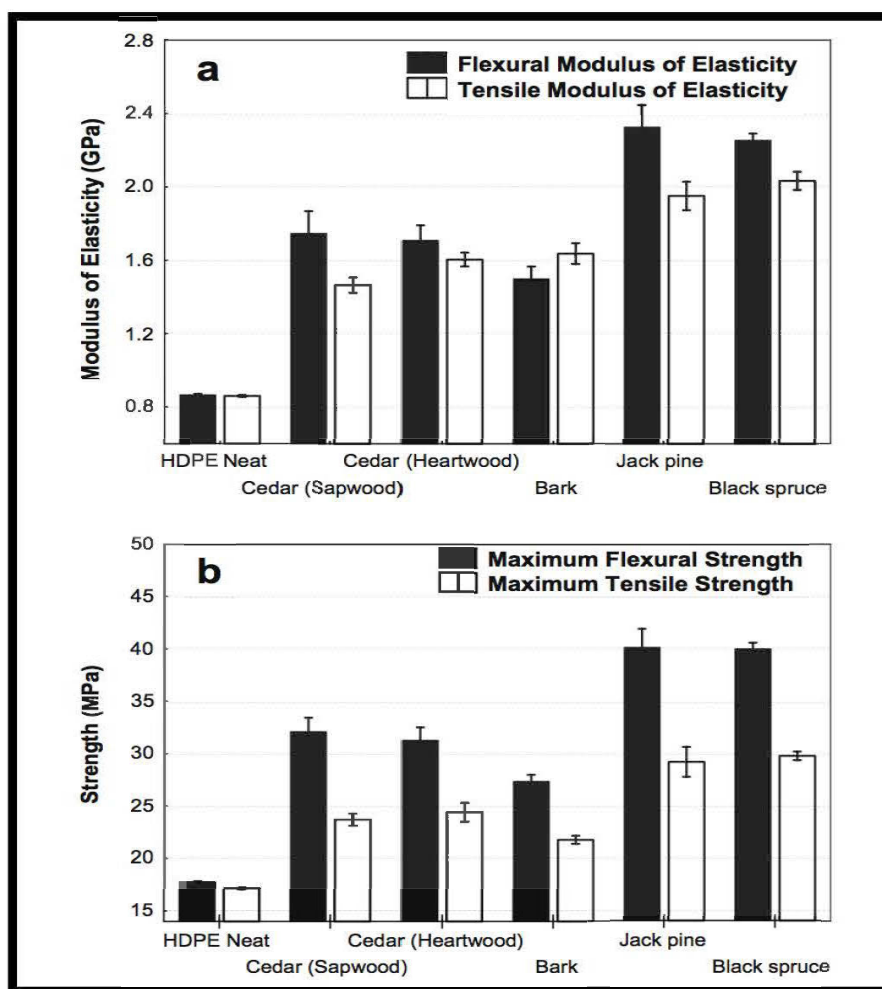
#### *1.5.2 Influence de la nature et de la composition chimique des fibres*

La nature du bois et la structure chimique sont deux paramètres interliés, et peuvent toujours être jumelées. Quand on parle de la nature du bois, on parle de son origine, que ce soit du bois recyclé, du bois d'une ou de différentes essences ou s'il s'agit de l'écorce ou de bois de duramen ou d'aubier. Quant à la structure chimique de la paroi cellulaire, elle change avec la nature du bois utilisé.

Plusieurs études ont démontré que la nature et la structure chimique des fibres influencent les propriétés des CBP. Migneault et al. (2014) ont conclu qu'en général les CBP produits à base de bois présentent des propriétés physiques et mécaniques supérieures à celles à base de résidus de bois. Ceci est valable à l'exception de la boue Kraft qui donne une plus grande résistance à la traction et une meilleure énergie d'impact, par rapport à ceux fabriqués avec des fibres vierges de bouleau et d'épinette. La variation entre les propriétés mécaniques et physiques du CBP à partir de différentes sources a été expliquée principalement par la teneur en cellulose. D'autre part, la nature des fibres affecte également l'absorption d'eau des CBP. Le CBP fait à base de boue et d'écorces sont plus hydrophobes, en moyenne, que celui à base de bois.

Bouafif et al. 2009a ont confirmé que les propriétés mécaniques des composites bois-polymère varient considérablement avec le type de fibres. La figure 1.14 illustre d'une part la variation du module d'élasticité à la traction et du module d'élasticité en flexion et, d'autre part, la résistance maximale, en traction et en flexion, des CBP renforcés par différents types de bois. On remarque, à titre d'exemple, que les CBP faits avec des particules de pin gris et d'épinette noieront le module d'élasticité le plus élevé, alors que l'écorce et le thuya montrent des propriétés plus faibles.

Ces résultats confirment ce qui fut constaté dans plusieurs autres études traitant de l'effet de la nature des fibres sur les propriétés des CBP, d'une façon directe ou indirecte (Stokke 2003) et ils ont été confirmé par Yemele et al. (2010).

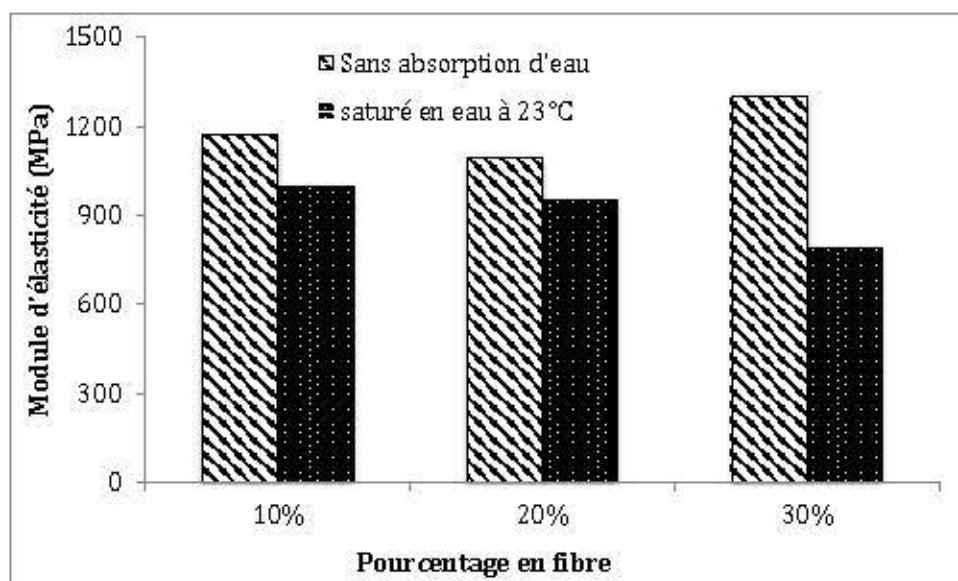


**Figure 1.14:** La variation: (a) du module d'élasticité en traction et en flexion, (b) la résistance maximale en traction et en flexion, pour des CBP à base de différents types de bois (Bouafif et al. 2009a)

### 1.5.3 Influence de la teneur en humidité

Étant donné le caractère hydrophile des fibres de bois, l'humidité devient un

paramètre très important pour leur utilisation en tant que renfort dans les CBP. Plusieurs études ont démontré que ce paramètre a une grande influence sur les propriétés des CBP mais différents points de vue ont été considérés. Certains ont affirmé que l'humidité cause une diminution des propriétés mécaniques (Figure 1.15) (Espert et al. 2004 ; Balatinecz et al. 1997). Les échantillons saturés en eau présentent des propriétés mécaniques médiocres telles que de faibles valeurs de module de Young. Par contre, pour les échantillons à faible teneur en fibres, l'eau agit comme un plastifiant conduisant à un module de Young légèrement plus élevée, bien que cet effet disparaisse avec l'augmentation de la température ou de la teneur en fibres.



**Figure 1.15:** Effet de l'absorption d'eau sur le module d'élasticité des CBP à base de 10%, 20% et 30% de bois (Adapté de Espert et al. 2004)

D'autres études ont considéré que l'eau absorbée améliore les propriétés mécaniques des CBP grâce au gonflement et à son influence positive sur l'interface fibre-matrice. Lin et al. (2002) affirment que la résistance à la traction des CBP augmente après immersion à différentes températures. Pour la flexion, on rapporte qu'à température ambiante, la résistance ainsi que le module d'élasticité augmentent après immersion dans l'eau. Cependant, à 60°C et 100°C, ils diminuent.

### *1.6. Influence d'un traitement thermique*

Les traitements thermiques du bois augmentent sa durabilité avec une bonne résistance contre les champignons et les caries. En revanche, ils diminuent ses propriétés mécaniques (Karmaker et al. 1994). Pour du bois traité à différentes températures, Nuopponen (2004) a affirmé qu'une meilleure durée de vie est obtenue après les traitements entre 200°C et 260°C. Ceci fut aussi prouvé par Hakou (2005) qui a démontré que le traitement thermique du bois de hêtre augmente sa durabilité contre la pourriture blanche. La résistance à la carie dépend de la température de traitement et elle est totale pour les traitements effectués à 280 °C. Toutefois, entre 160°C et 200°C, malgré le caractère hydrophobe que présente le bois, il s'est avéré fortement attaqué par les caries.

#### *1.6.1. Effet du traitement thermique sur l'hygroscopicité et la chimie de surface des CBP :*

L'hygroscopicité des CBP contenant des fibres de bois traitées thermiquement est moins élevée que celle des CBP à base de fibres non traitées (Wechsler et al. 2007; Ayırlmis et al. 2010). Cette résistance à l'eau des CBP contenant des fibres de bois traitées thermiquement est principalement attribuée à des hémicelluloses hydrolysées au cours du traitement thermique. L'absorption d'eau observée est due à la liaison hydrogène des molécules d'eau pour les groupements hydroxyles libres présents dans les composants de la paroi cellulaire de cellulose et la diffusion des molécules d'eau à l'interface matrice-charge (Ashori et al. 2010).

Selon Ayırlmis et al. (2011) la diminution du gonflement en épaisseur des CBP peut être attribuée à l'augmentation de la cristallinité de la cellulose, à la dégradation des régions amorphes dans les microfibrilles ou à la réduction des groupements hydroxyles après le traitement thermique. La réticulation entre les polymères de la paroi cellulaire, en particulier de la lignine, l'estérification entre les microfibrilles de

cellulose, et la formation de liaison éther de la division de deux groupements hydroxyles adjacents sont d'autres raisons qui aboutissent à la perte de gonflement (Tjeerdsma et al. 2005). Dans une étude menée par Ayrilmis et al. (2015) sur les CBP à base de farine de charbon de bois, on a pu constater que l'amélioration de la stabilité dimensionnelle peut être expliquée par le fait que le charbon de bois contient de nombreux pores dans sa structure et ils suggèrent que ces pores ont été remplis par le polypropylène fondu. Ces résultats ont confirmé ceux trouvés par Li et al. (2014). Dans cette étude, ils ont étudié l'effet de l'incorporation du charbon de bambou dans les CBP sur l'absorption d'eau. Avec l'augmentation de la teneur en charbon de bambou, la résistance à l'eau a augmenté. Les pores dans la structure du charbon ont été remplis par le polyéthylène basse densité (PEBD), puis le charbon a rempli les espaces entre les fibres de bois et le PEBD, ce qui permet au polyéthylène de couvrir encore plus la surface des fibres de bois, entraînant une forte adhésion. Ce qui permet d'avoir une bonne résistance à l'eau.

Dans une autre étude menée par Hosseinaei et al. (2012), on a étudié l'effet de l'extraction de l'hémicellulose des fibres du pin des marais par l'eau chaude, à 3 températures différentes (140, 155 et 170 °C) sur l'hygroscopicité des CBP. Ils ont constaté une amélioration au niveau de la résistance à l'eau ce qui indique une diminution de l'hygroscopicité des CBP. La raison principale est l'extraction de l'hémicellulose de la réduction des groupements hydroxyles et l'hygroscopicité du bois. La concentration de la lignine sur la surface des fibres de bois après l'extraction de l'hémicellulose est une autre raison de la diminution de l'hygroscopicité des CBP.

La mesure de l'angle de contact permet de caractériser le caractère hydrophobe ou hydrophile des composites à base de bois. À titre d'exemple, Malekani et al. (2015) ont étudié l'effet de l'acétylation des fibres de bois sur l'angle de contact et l'absorption de l'eau des composites bois-polypropylène. Ils rapportent que l'acétylation augmente l'angle de contact mais réduit le gonflement en épaisseur des

composites. Garcia (2005) a étudié la relation entre l'angle de contact et le gonflement des panneaux MDF. L'auteure rapporte une relation négative entre l'angle de contact et l'absorption d'eau.

#### *1.6.2. Effet du traitement thermique sur les propriétés des CBP:*

Le traitement thermique des fibres de bois entraîne une légère diminution de la résistance à l'arrachement du vis des CBP par rapport aux panneaux de référence à base de bois non traité tandis que les propriétés de flexion et la cohésion interne ont été plus gravement affectées (Ayrilmis et al. 2011). La perte des propriétés mécaniques des CBP contenant des fibres de bois traitées thermiquement pourrait être liée à la formation des produits chimiques acides solubles; tels que l'acide formique et l'acide acétique, à partir de la dégradation de l'hémicellulose. Ces acides accélèrent la dépolymérisation de la cellulose en la décomposant ce qui pourrait affecter le MOE et le MOR du bois (Garrote et al. 2001).

La fabrication des CBP à base de farine de charbon de bois a amélioré de manière significative les propriétés de flexion. La cohésion interne augmente avec la teneur en farine de charbon ce qui montre clairement que l'adhérence interfaciale entre la matrice polymère et la charge de bois a été améliorée (Ayrilmis et al. 2015). Ceci conduit à une meilleure adhérence interfaciale entre le polymère et la charge de charbon de bois. L'amélioration des propriétés mécaniques de CBP contenant de la farine de charbon de bois peut être aussi attribuée à la dispersion homogène de la farine de charbon de bois en raison de sa dimension (Ayrilmis et al. 2015).

Hosseunaei et al. (2012) ont montré que la résistance à la traction des CBP augmente grâce à l'extraction de l'hémicellulose. Une nette amélioration de 13,5% et 16% pour l'extraction à 170°C, par rapport à des échantillons témoins. Cette amélioration est en raison d'une meilleure adhérence interfaciale entre la matrice et la charge, due à des

liaisons ester entre les groupes hydroxyle du bois et les groupes anhydride du MAPP ou d'une meilleure dispersion des fibres de bois dans la matrice.

Ils affirment que l'extraction de l'hémicellulose peut également améliorer la compatibilité entre le bois et le polymère, ce qui peut être dû à la diminution du caractère hydrophile et de la polarité du bois. De plus, la surface de la farine de bois après l'extraction est plus rugueuse par rapport à l'échantillon témoin, ce qui peut également créer une meilleure liaison mécanique entre la farine de bois et le polymère.

Ils confirment aussi que l'agent de couplage est plus efficace après l'extraction de l'hémicellulose puisque les échantillons sans hémicellulose présentent une forte augmentation de la résistance à la traction après avoir ajouté MAPP, par rapport à l'échantillon témoin. Ceci peut-être parce que la surface des fibres, dont on a extrait l'hémicellulose, est plus riche en lignine ou pseudo-lignine. En plus de les rendre plus hydrophobe, la lignine est aussi plus réactive avec MAPP en formant des liaisons ester.



## CHAPITRE II

### APPROCHE MÉTHODOLOGIQUE

#### 2.1. *Objectifs*

L'objectif principal est d'étudier l'effet d'un prétraitement thermique des fibres du pin gris et du peuplier faux-tremble aux bioesters sur les propriétés physico-mécaniques des composites bois-polymère. Les objectifs spécifiques sont :

1. Étudier l'effet du traitement thermique sur la chimie de surface des fibres du pin gris et du peuplier faux-tremble.
2. Étudier l'influence du traitement thermique sur le phénomène d'adhésion entre les fibres et la matrice thermoplastique,
3. étudier l'impact du traitement thermique sur les propriétés physiques et mécaniques des CBP.

Les résultats permettront d'évaluer l'efficacité du traitement thermique en fonction de l'essence de bois.

#### 2.2. *Hypothèses*

Nous formulons les hypothèses suivantes :

- Les composants de la paroi cellulaire sont sensibles à la variation de la température. Ainsi, le traitement thermique a un effet sur la chimie de surface des fibres et par conséquent un effet sur l'adhésion fibre-matrice.
- La modification structurale de la fibre de bois causée par le traitement thermique a un effet sur les propriétés physico-mécaniques des CBP.
- Vu la différence entre les structures des bois résineux et feuillus, on aura

différents effets du traitement thermique sur les propriétés des CBP issus des deux essences.

### 2.3. Matériel et méthodes

#### 2.3.1. Matériel

##### 2.3.1.1. Essences de Bois :

Des planches de bois issues de deux espèces; le pin gris (*Pinus banksiana* Lamb) comme résineux et le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides* Michx) comme feuillu, ont été utilisées dans notre étude (Figure 2.1). Le choix des espèces est basé essentiellement sur l'hypothèse déjà mentionnée ; la différence entre la structure du bois de résineux et celle des feuillus. En deuxième lieu, la raison derrière le choix de ces deux essences en particulier, n'est autre qu'une raison financière vu la disponibilité de ces deux espèces dans le laboratoire. Les dimensions de ces planches étaient de 120 cm de longueur, de 12 cm de largeur et de 25 mm.



**Figure 2.1:** Deux planches (pin gris et peuplier faux-tremble) à traiter thermiquement aux bioesters

##### 2.3.1.2. Le Biodiésel:

Le biodiésel utilisé pour le traitement thermique, appelé également « esters méthyliques d'acide gras », présente une faible viscosité comparativement aux autres huiles, ce qui lui permet de bien pénétrer dans le bois traité. En plus des raisons citées

précédemment, on a choisi cette huile vu qu'elle est obtenue par estérification des huiles usagées. Contenu des exigences environnementales auxquelles les industries font face, rend le choix de cette huile très intéressant. Le tableau 2.1 résume les caractéristiques du biodiésel utilisé.

**Tableau 2.1:** Caractéristiques du biodiésel

Masse volumique	0,88 g/cm <sup>3</sup> à 25°C
Point d'ébullition	Supérieur à 200°C
Apparence	Liquide jaunâtre, transparent
Stabilité	Ce produit est stable. Aucune polymérisation spontanée ne peut se produire.

#### 2.3.1.3. Unité de traitement:

L'unité pilote de traitement biothermique utilisée est présentée à la figure 2.2. L'unité pilote de traitement thermique est composée d'un réservoir de forme cylindrique dans lequel on traite le bois, d'une pompe qui permet la circulation de l'huile, d'éléments chauffants pour augmenter et contrôler les niveaux de la température et de deux réservoirs dont un tampon pour le préchauffage des bioesters et l'autre pour chauffer l'huile de lin (traitement par oléothermie). L'unité est munie d'un système d'hôte pour l'évacuation des gaz, de plusieurs filtres installés à différentes zones du circuit de circulation d'huile et également de plusieurs sondes pour mesurer la température de l'huile et du bois pendant toutes les phases du traitement.

#### 2.3.2. Méthodes :

Le diagramme de la figure 2.3 illustre l'approche expérimentale que nous avons utilisée. Cette approche se résume en 5 étapes : On commence par préparer les

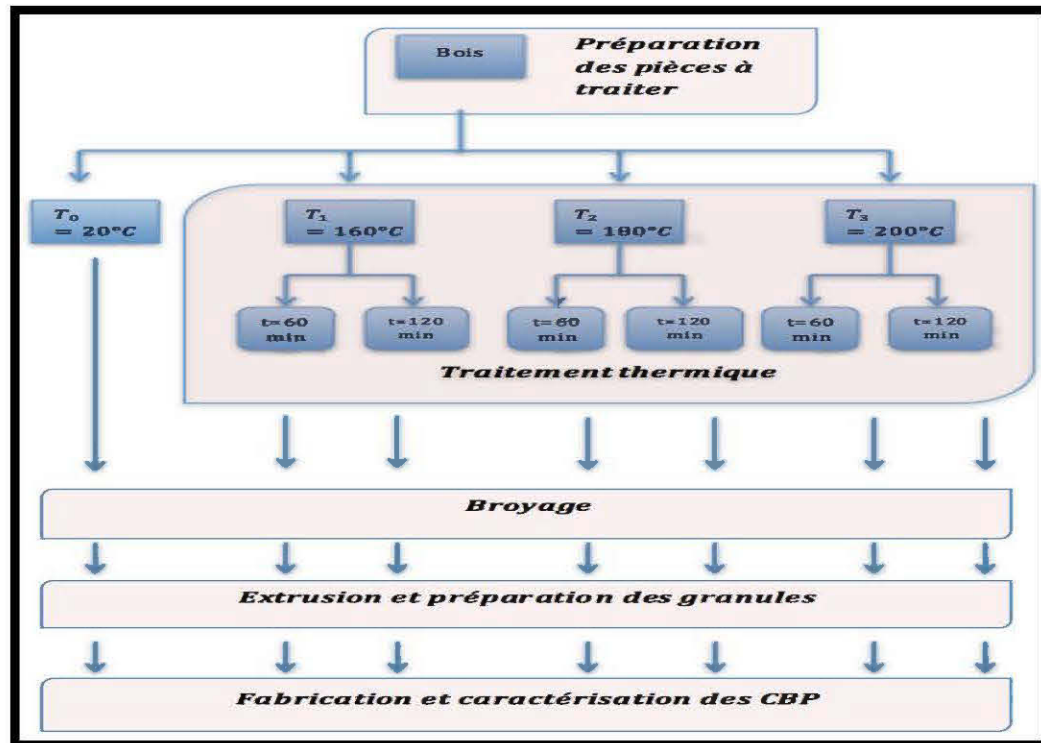
planches de bois à traiter, et ensuite le traitement thermique à trois températures (160°C, 180°C et 200°C) et deux temps de traitement (60 min et 120 min). Une fois le bois traité, on passe à l'étape de broyage et ensuite à la préparation des différentes formulations à l'aide de l'extrudeuse. Finalement, on injecte des éprouvettes afin de caractériser le produit final.



**Figure 2.2:** Unité pilote de traitement thermique installée au SEREX

#### *2.3.2.1. Traitement biothermique du bois*

L'opération du traitement peut être résumée en trois parties : On commence par le chauffage de l'huile jusqu'à atteindre la température désirée (160, 180 ou 200°C) dans le réservoir tampon et on met en place les planches à traiter dans le réservoir de traitement comme le montre la figure 2.4. Ensuite, on lance l'opération du traitement des planches pendant un temps prédéterminé (1h ou 2h) tout en maintenant la température fixe. Enfin, une fois le temps de traitement est écoulé, on procède à l'étape de refroidissement.



**Figure 2.3:** Démarche expérimentale appliquée sur le bois résineux (pin gris) et sur le bois feuillu (peuplier faux-tremble).



**Figure 2.4:** Mise en place des planches de bois avant le traitement thermique

### *2.3.2.2. Préparation des fibres*

Une fois séchées, les planches traitées ont été rabotées dans le but d'enlever l'excès de biodiesel et les contaminants accumulés lors du traitement. Après le rabotage, nous avons découpé les planches en des cubes de 10 mm de côté environ afin de les broyer à l'aide d'un broyeur à couteaux rotatif (Retsh SM300) illustré à la figure 2.5. L'opération de broyage a été effectuée sur plusieurs étapes jusqu'à l'obtention de fibres de bois de longueur inférieure à 0,5 mm.



**Figure 2.5:** Broyeur à couteaux rotatifs de type Retsh SM300

### *2.3.2.3. Caractérisation anatomique*

Pour étudier la distribution de la longueur et la taille des fibres obtenues, nous avons utilisé l'analyseur de qualité de fibre (FQA) de la marque OPTEST. Cet appareil permet de mesurer la longueur des fibres et leur diamètre en se basant sur les principes optiques de l'analyse d'images qui consiste à étudier l'effet de la présence de structures cristallines, comme la cellulose, sur le changement des signaux infrarouges émis à un système photographique d'enregistrement. Pour chaque traitement, des échantillons de fibre ont été dilués dans l'eau pour obtenir une solution de fibres à faible consistance ( $\leq 3\%$ ).

#### 2.3.2.4. Dispositif expérimental

Les formulations ont été préparées selon un dispositif factoriel en deux blocs. Chaque essence représente un bloc. Les facteurs sont la température du traitement (160, 180 et 200 °C), le temps du traitement (1 et 2 heures) et la teneur en agent de couplage (0 et 3%). La teneur en fibres a été maintenue constante à 40%. La teneur en polyéthylène haute densité a été de 57% et 60% pour les formulations avec et sans agent de couplage, respectivement. De plus deux formulations témoins pour chaque essence avec des fibres non traitées, une avec agent de couplage et une sans agent de couplage ont été utilisées. Ainsi, 14 formulations par essence ont été préparées pour un total de 28 formulations. Le tableau 2.2 résume les formulations préparées pour une essence.

**Tableau 2.2:** Tableau récapitulatif des pourcentages des composants dans les formulations préparées

Mélange	Température° de traitement (°C)	Temps de traitement (h)	% fibres	% PEHD	% PEMA
1-2	-	-	40	57-60	3-0
3-4	160	1	40	57-60	3-0
5-6	160	2	40	57-60	3-0
7-8	180	1	40	57-60	3-0
9-10	180	2	40	57-60	3-0
11-12	200	1	40	57-60	3-0
13-14	200	2	40	57-60	3-0



### 2.3.2.5. Préparation des granules de CBP

La préparation des mélanges sous forme de granules est une étape primordiale avant de passer à l'étape de fabrication des éprouvettes. Pour ce faire, nous avons extrudé nos différents mélanges en utilisant une extrudeuse bi-vis (HAAKE Rheomex OS) représentée sur la figure 2.6. Lors de l'extrusion, le profil de température adopté est de 155°C dans les différentes zones de l'extrudeuse. La vitesse de rotation des vis est de 50 rpm avec une pression en tête de vis de 50 bars.

À la sortie de la filière, l'extrudât en fusion est solidifié en le refroidissant dans un bac à circulation d'eau. Ensuite, il est découpé en granules d'environ 3 mm de longueur à l'aide d'un broyeur à disque rotatif (figure 2.6).



**Figure 2.6 :** Extrudeuse bi-vis et broyeur à couteau rotatif

Deux types de mélanges ont été préparés : avec et sans agent de couplage. Les principaux matériaux qui constituent le mélange sont les fibres, des granules de polyéthylène haute densité PEHD, de masse volumique égale à 0,96 g/cm<sup>3</sup> et une température de fusion égale à 134°C, et, dans certains cas, un agent de couplage, le polyéthylène modifié à l'anhydride maléique PEMA qui a une température de fusion de 167°C et une température de ramollissement de l'ordre de 147°C. Le rôle du PEMA est d'assurer le pontage entre les fibres et la matrice plastique.



### 2.3.2.6. Préparation des éprouvettes

L'étape d'injection des éprouvettes a été divisée en deux parties. Sept cents grammes (700 g) de chaque mélange avec agent de couplage ont été envoyés au Centre de technologie minérale et de plasturgie (CTMP) à Thetford Mines, au Québec, où les éprouvettes ont été injectées à l'aide d'une machine d'injection de marque Arbug 370A. Cette machine est constituée de 5 zones de chauffage et possède une force de fermeture de 600 kN. Les paramètres utilisés lors de l'injection effectuée au CTMP sont résumés dans le tableau 2.3.

**Tableau 2.3:** Paramètres d'injection des éprouvettes d'essais effectuée au CTMP

Paramètres	Valeur / Étendu
Température du moule (°C)	20
Pression d'injection (bar)	1325-1400
Pression du maintien (bar)	600-700
Contre-pression (bar)	100
Temps d'injection (s)	2
Temps de maintien (s)	11
Temps de refroidissement (s)	17
Temps de cycle total (s)	35,7
Volume du dosage ( $cm^3$ )	18/28/34/41
Volume de décompression ( $cm^3$ )	5
Vitesse de rotation de la vis (Rpm)	215
Coussin ( $cm^3$ )	1 à 3,6

La deuxième étape consiste à injecter des éprouvettes de traction au laboratoire avec le reste des mélanges avec agent de couplage et de celles sans agent de couplage afin d'étudier l'effet du traitement thermique sur l'adhésion. Pour ce faire, nous avons utilisé un appareil d'injection miniature appelé la MiniJet HAAKE Thermo Scientific illustrée sur la figure 2.7. Les paramètres utilisés lors de l'injection effectuée avec la MiniJet sont résumés dans le tableau 2.4.



**Figure 2.7:** Appareil d'injection miniature appelé MiniJet

**Tableau 2.4:** Les paramètres d'injection effectuée au laboratoire

Température du cylindre	180°C
Température du moule	90°C
Pression d'injection	1200 bars
Temps d'injection	10 secondes
Post pression	0 bars, 0 seconde

### 2.3.2.7. Caractérisation mécanique

Plusieurs essais mécaniques ont été réalisés afin d'étudier l'effet du prétraitement thermique du bois sur les propriétés mécaniques des CBP et sur l'adhésion entre les fibres et la matrice polymérique. Ces essais ont été effectués selon les normes présentées dans le tableau 2.5. Les tests ont été effectués dans des conditions ambiantes de 30% d'humidité relative et une température moyenne de 20°C. Les instruments de mesure des dimensions des éprouvettes sont un pied à coulisse de résolution  $\pm 0,01\text{mm}$  et un micromètre de résolution  $\pm 0,001\text{mm}$ .

**Tableau 2.5:** Les normes utilisées pour les essais mécaniques et physiques

Tests	Normes	Dimensions
Traction 1	ISO527 type 5A	75 x 12,5 x 4 mm
Traction 2	ASTM D 638 type IV	142 x 19 x 6 mm
Flexion trois-points	ASTM D 4812	12 x 126 mm
Impact Izod	ASTM D 790	12 x 64 mm
Immersion dans l'eau	ASTM D 570	50 mm
Calorimétrie différentielle à balayage	ASTM D 3417	-

#### 2.3.2.7.1. Essais de traction

L'essai de traction consiste à déterminer la déformation de l'éprouvette sous l'application d'une charge avec une vitesse définie. Cet essai permet de déterminer le module d'élasticité  $E$  (MPa) ou module de Young, qui n'est autre que la constante qui relie la contrainte de traction et la déformation dans le domaine de déformation élastique, nous donnant ainsi une idée sur la rigidité du matériau, et, ensuite, la résistance à la traction  $R_m$  (MPa) ainsi que l'allongement à la rupture  $\epsilon_T$  (%). Les équations utilisées pour définir ces paramètres sont les suivantes (Baillon et Dorlot 2000):

$$E = \frac{Fp}{b.h} \quad (2.1)$$

$$Rm = \frac{Fm}{b.h} \quad (2.2)$$

$$\varepsilon_T (\%) = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100 \quad (2.3)$$

Où,

Fm : Force maximale (N) ;

Fp: Force mesurée à la limite proportionnelle (N) ;

L<sub>0</sub> : Longueur initiale (mm) ;

b : Largueur de l'échantillon (mm) ;

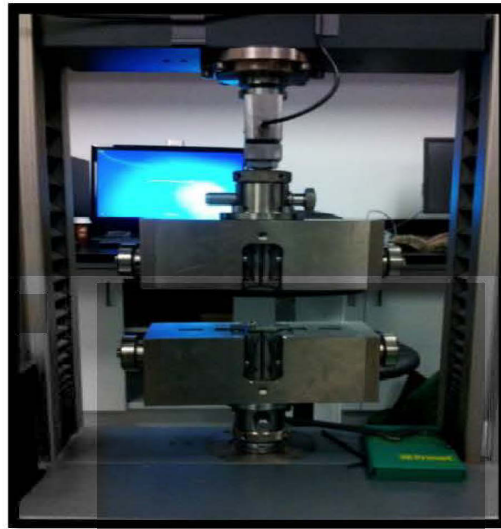
h : Épaisseur de l'échantillon (mm) ;

ΔL: Allongement (mm).

Les essais de traction ont été réalisés suivant deux normes : ASTM D 638 type IV pour les échantillons fabriqués au CTMP avec une vitesse de test égale à 5 mm/min et ISO 527 type 5A pour les échantillons fabriqués avec la MiniJet avec une vitesse égale à 1 mm/min. La machine d'essai utilisée est une machine d'essai universelle Zwick/Roell Z020 de capacité 20 kN. Pour chaque mélange, 10 éprouvettes ont été testées. La figure 2.8 présente le dispositif de traction utilisé.

#### 2.3.2.7.2. Essais de Flexion

L'essai de flexion est utilisé dans le but de déterminer le module d'élasticité (E<sub>f</sub>), la résistance (R<sub>mf</sub>) ainsi que la déformation maximale en flexion. Ce test consiste à appliquer une charge au milieu d'une éprouvette située sur deux appuis, comme le montre la figure 2.9.



**Figure 2.8:** Dispositif de mesure utilisé pour le test de traction



**Figure 2.9:** Dispositif de mesure utilisé pour le test de flexion

Les équations utilisées pour de déterminer les paramètres cités précédemment sont les suivantes (Baillon et Dorlot 2000):

$$E_f = \frac{F_p \cdot L^3}{4 \cdot b \cdot h^3} \quad (2.4)$$

$$R_{mf} = \frac{3 \cdot F_m \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (2.5)$$

$$\varepsilon_f (\%) = \frac{6 \cdot R_{mf} \cdot h}{L_f^2} \times 100 \quad (2.6)$$

Où,

$L_f$  : Longueur entre appuis (mm);

$b$  : Largeur (mm);

$F_p$ : Force mesurée à la limite proportionnelle (N) ;

$h$  : Épaisseur (mm);

$F_m$  : Force maximale mesurée (N)

Les essais de flexion ont été réalisés suivant la norme ASTM D 4812 (Tableau 2.5).

La distance entre les appuis est de 80 mm et la vitesse de la charge est de 3,44 mm/min. La machine utilisée est la même utilisée pour l'essai de traction. Pour chaque mélange, 5 éprouvettes ont été testées.

#### 2.3.2.7.3. Test d'impact IZOD

Le test d'impact permet de mesurer la résistance au choc d'un matériau et ainsi estimer sa ténacité. Le dispositif utilisé est appelé « mouton pendule » de capacité maximale de 5 Joules. Libéré d'une certaine hauteur, le pendule sert à rompre l'éprouvette tout en continuant son mouvement jusqu'à atteindre une hauteur inférieure à la hauteur initiale. On mesure ainsi la résilience du matériau (exprimée en kJ/m), à partir de la relation suivante :

$$a_{iU} = \frac{E_c}{b \cdot h} \times 1000 \quad (2.7)$$

Où,

$a_{IU}$  : Résistance au choc d'éprouvettes lisses en kN/m ;

$b$  : Largeur de l'éprouvette (mm) ;

$h$  : Épaisseur de l'éprouvette en (mm) ;

$E_C$  : Énergie absorbée par le choc en joules.

Les tests d'impacts ont été réalisés suivant la norme ASTM D 790 (tableau 2.5). La machine utilisée est un pendule Zwick/Roell, modèle HIT.5P illustrée à la figure 2.10. Pour chaque formulation, 10 éprouvettes ont été testées.



**Figure 2.10:** Dispositif d'essai d'impact IZOD

#### 2.3.2.8. Caractérisation des propriétés physiques

Afin d'étudier l'effet du prétraitement thermique sur les propriétés physiques des CBP et essentiellement sur les propriétés thermiques et sur leur hygroscopicité, des essais ont été effectués selon les normes présentées dans le tableau 2.5.

##### 2.3.2.8.1. Absorption d'eau

L'absorption d'eau permet d'avoir une idée sur l'hygroscopicité du matériau. Dans le but d'étudier l'influence du prétraitement thermique sur cette caractéristique, les échantillons conditionnés de CBP ont été placés dans un bain-marie avec de l'eau

distillée portée à ébullition, de façon à ce qu'ils soient entièrement immergés. Après 120 minutes, les échantillons ont été retirés de l'eau et refroidis dans de l'eau distillée maintenue à température ambiante. Après 15 min, nous les avons retirés de l'eau, une à une. Toutes les eaux de surface ont été enlevées avec un chiffon sec et les échantillons ont été immédiatement pesés à 0,001g près. Enfin, nous avons mesuré l'épaisseur à l'aide d'un micromètre. Trois (3) échantillons ont été testés pour chaque formulation. Le taux d'absorption d'eau est calculé selon la formule suivante :

$$A\% = \frac{M_{H_2O}}{M_0} \times 100 = \frac{M_H - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2.8)$$

Où,

A% : Taux d'absorption ;

M<sub>eau</sub> : Masse de l'eau ;

M<sub>i</sub> : Masse du composite à l'état initial ;

M<sub>h</sub> : Masse du composite humide ;

M<sub>0</sub> : Masse du composite à l'état anhydre

#### 2.3.2.8.2. Propriétés thermiques

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage, dite aussi DSC (*Differential Scanning Calorimetry*), a été utilisée dans le but de déterminer les propriétés thermiques des CBP fabriqués, telles que la température de fusion ou la température de transition vitreuse. Le principe de cet appareil est de mesurer les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence. Cette technique permet d'enregistrer les effets exothermiques ou endothermiques provoqués par des modifications physiques ou chimiques des matériaux, ce qui nous permet aussi de déterminer le taux de cristallinité  $X_c$  du composite en utilisant la relation suivante :

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^\circ} \cdot \frac{1}{\omega} 100 \quad (2.9)$$



Où,

$\Delta H_f$  : l'enthalpie de fusion spécifique du polymère utilisé,

$\Delta H_f^\circ$  : l'enthalpie de fusion du polymère 100% cristallin à la température d'équilibre thermodynamique,

$\omega$  : la fraction massique du PEHD dans le composite.

L'appareil utilisé est un TA instrument Q20 (Figure 2.11). Deux creusets sont placés dans un four. Dans l'un des deux, nous avons mis notre échantillon et l'autre, qu'on laisse vide, représente le creuset de référence. Chaque plateau contient un thermocouple relié à un ordinateur. L'ordinateur calcule la différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence, puis les convertit en flux de chaleur, de façon à pouvoir mesurer la quantité de chaleur à fournir au récipient témoin. L'analyse a été réalisée en régime dynamique dans la gamme de température entre 0°C et +220°C sous balayage d'azote. Le protocole opératoire est résumé dans le tableau 2.6. La masse des échantillons est d'environ 8 à 12 mg.

**Tableau 2.6:** Protocole opératoire pour l'essai de calorimétrie différentielle à balayage

Monter à 10°C/ min. jusqu'à 220°C
Isotherme pendant 5 min.
Diminuer à 10°C/ min. jusqu'à 20°C
Isotherme pendant 5 min.
Monter à 5°C/ min. jusqu'à 220°C
Isotherme pendant 5 min.
Diminuer à 5°C/ min. jusqu'à 20°C



**Figure 2.11:** Appareil de calorimétrie différentielle à balayage

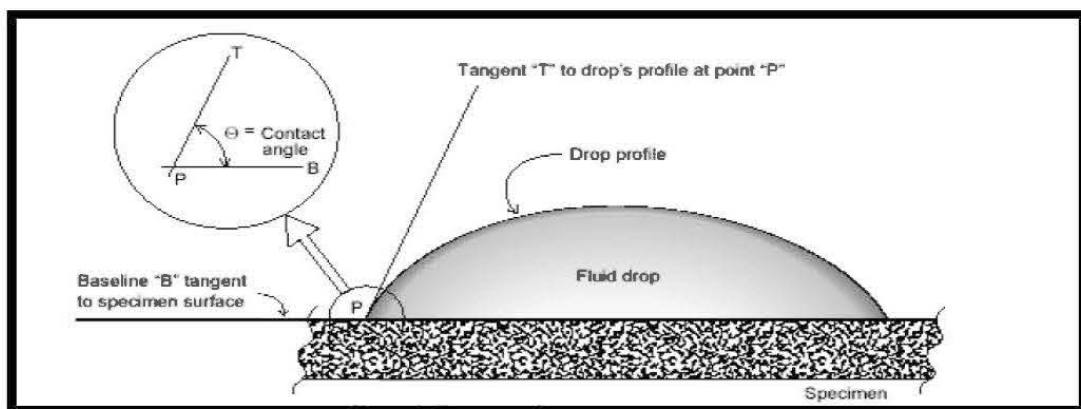
#### *2.3.2.9. Caractérisation des propriétés de la surface*

##### *2.3.2.9.1 Angle de contact - mouillabilité*

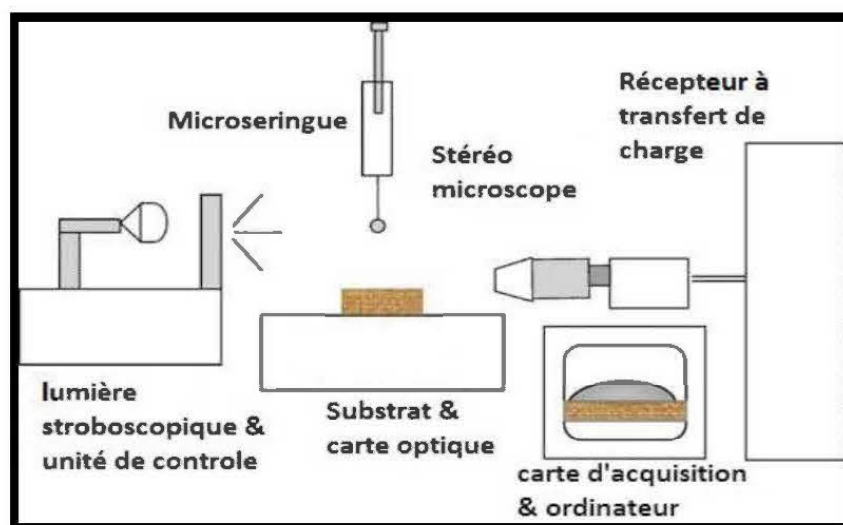
L'une des propriétés de surface importante d'un matériau est sa mouillabilité. Pour avoir une idée plus claire sur la mouillabilité des CBP, nous avons choisi de déterminer la méthode de l'angle de contact. Le principe de cette méthode se base sur la mesure de l'angle de contact entre une goutte de liquide et la surface du matériau, comme l'illustre la figure 2.12. L'appareil utilisé pour déterminer ces mesures est le goniomètre de type FTA200 de la compagnie First Ten Angstroms Inc. La technique de mesure est basée sur la capture vidéo rapide d'images et sur l'analyse automatique de l'image. La précision de mesure de l'angle de contact est de  $\pm 3^\circ$ .

L'expérience mise en place (Figure 2.13) se compose d'un microscope stéréo, d'une caméra vidéo CCD reliée à un ordinateur pour le stockage de l'image et le traitement de celle-ci, d'un stroboscope numérique pour l'éclairage, d'une seringue pouvant contenir des échantillons liquides, de l'eau minérale dans notre cas, et les gouttes de substrat, formées automatiquement en utilisant une seringue et une pompe. Les angles de contact ont été mesurés directement à partir des images capturées précisant tous les

effets. Ces images ont été analysées avec le logiciel FTA 32 Vidéo 2.0 qui identifie la ligne de base des gouttes (la ligne de contact avec le solide). Le grossissement du microscope est ajusté à un maximum avec lequel il était possible de capturer le diamètre final de la goutte à la fin d'une période de temps donnée. Trois tests ont été effectués pour chaque condition expérimentale.



**Figure 2.12:** Schéma explicatif du principe de mesure de l'angle de contact  
(Woodward 2000)



**Figure 2.13 :** Schéma du dispositif expérimental utilisé pour les mesures de l'angle de contact (Adapté de Kocaefe et al. 2008)

#### 2.3.2.9.2. *Microscopie électronique à balayage :*

Des observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) de marque HITACHI, modèle S3500N équipé d'un détecteur d'électrons secondaires. Le principe du MEB est basé sur l'interaction électrons-matière. Généralement sous un vide secondaire ( $10^{-3}$  Pa), à l'aide d'un canon à électrons, un faisceau d'électrons primaires est acheminé vers l'échantillon. Ensuite, l'image est créée à travers la détection des signaux émis par l'échantillon bombardé d'électrons. On utilise essentiellement deux principes physiques pour créer des images :

- L'émission d'électrons secondaires: un atome est bombardé par des électrons.
- La rétrodiffusion des électrons interagissant avec des atomes.

Les échantillons en CBP doivent être métallisés, car ils possèdent une faible conductivité électrique. Plusieurs échantillons rompus lors des tests de traction ont été fracturés dans l'azote liquide. Puis, le dépôt d'une couche d'argent a été effectué (Figure 2.14). Dans le but d'avoir une idée plus claire sur l'adhésion entre les fibres et la matrice et l'effet du prétraitement, plusieurs échantillons ont été testés. Cela nous a aussi permis d'avoir une idée plus approfondie sur la dispersion des fibres et sur leur orientation dans la matrice.

#### 2.3.2.9.3. *Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier*

Le bois est doté d'une structure chimique très complexe. Il fait partie des matériaux les plus analysés par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ou *FTIR* : *Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy*). Cette technique est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé.



**Figure 2.14:** Exemples d'échantillons de CBP métallisés

La FTIR permet de détecter des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques et, ainsi, d'interpréter les fonctions chimiques présentes dans le matériau analysé. Le domaine infrarouge, entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $400\text{ cm}^{-1}$ , correspond au domaine de l'énergie de vibration des molécules. Une fois que l'énergie apportée par le faisceau infrarouge est proche de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière absorbe le rayonnement, permettant ainsi d'enregistrer une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Par conséquent, on peut identifier une molécule grâce à la bande d'absorption qui caractérise sa composition chimique. Les bandes d'absorption forment ce que l'on appelle «le spectre d'absorption d'un matériau donné».

Afin de caractériser les fibres traitées et de connaître la modification chimique apportée par les différents traitements thermiques, trois échantillons de chaque type de fibre ont été analysés en utilisant un appareil FTIR « BrukerTensor 37 FT-IR ». Le montage expérimental utilisé est le montage ATR (montage de réflexion totale atténuée). Ce montage nous permet d'analyser plusieurs types d'échantillons, indépendamment de leur état physique.

#### 2.3.2.10. *Analyse statistique :*

Des analyses de variance (ANOVA) ont été réalisées pour interpréter les effets des variables explicatives (La température, le temps et l'espèce) sur les variables

réponses, soient les propriétés physiques et mécaniques. Toutes les analyses statistiques utilisaient un niveau de signification de  $\alpha = 0,05$  et ont été réalisées avec le logiciel R (R version 2.15.0, R Development Core Team, 2012).

*2.3.2.11. Récapitulatif sur l'échantillonnage et les répétitions :*

On résume dans le tableau 2.7 le nombre des échantillons et le nombre de répétitions faites pour tous les essais de caractérisation mentionnés dans ce chapitre.

**Tableau 2.7** : Récapitulatif des échantillons et le nombre de répétitions pour les essais de caractérisation

Mélange	Traction (ISO)	Traction (ASTM)	Flexion	Impact	FTIR	Absorption d'eau	Angle de contact	DSC
1	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
2	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
3	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
4	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
5	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
6	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
7	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
8	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
9	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
10	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
11	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
12	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
13	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1
14	5	5	5	10	3	3	1 (x3)	1

## CHAPITRE III

### RÉSULTATS ET DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous présenterons dans un premier temps les propriétés géométriques des fibres utilisées pour la fabrication des CBP. Par la suite, nous présenterons les caractéristiques mécaniques des CBP. Puis, nous présenterons les caractéristiques physiques, résumées en deux parties : propriétés thermiques et gonflement massique. Finalement, nous présenterons les propriétés de surface. Les résultats détaillés de cette étude sont archivés à l'adresse indiquée à l'Annexe A.

#### *3.1. Propriétés géométriques des fibres*

L'essai effectué à l'aide de l'analyseur de la qualité des fibres (FQA) nous a permis de déterminer les différentes longueurs et les différents diamètres des fibres utilisées pour chaque mélange. Malgré l'utilisation du même processus de broyage et des mêmes passoirs, on a pu constater une différence entre les deux espèces, essentiellement au niveau de la longueur des fibres. Le tableau 3.1 résume les résultats obtenus. On remarque que, pour le pin gris, la longueur moyenne des fibres est comprise entre 0,5 mm et 0,7 mm, alors que pour le peuplier faux-tremble, elle est située à entre 0,3 mm et 0,4 mm. La différence entre les résultats trouvés pour chaque espèce est probablement due à la différence entre la structure du bois des feuillus et celle des résineux. Pour une même espèce, on remarque qu'on n'a pas vraiment une tendance bien définie de la longueur des fibres avec la variation de la température. Les conclusions qu'on peut tirer de ces résultats sont principalement liées au ratio  $L/D$  ( $D$  étant le diamètre moyen des fibres). Stark et Rowland (2003) affirment que ce n'est pas la longueur des fibres qui affecte les propriétés des CBP mais plutôt la valeur de  $L/D$ . Dans notre cas,  $L/D$  est toujours aux alentours de 13. Pour un ratio



semblable, Migneault et al. (2008) affirment qu'on peut avoir de meilleures propriétés mécaniques malgré l'influence négative sur l'absorption d'eau. Plus on augmente la longueur des fibres, plus on augmente l'hygroscopicité des CBP.

**Tableau 3.1:** La longueur moyenne et le diamètre moyen des fibres broyées avant la fabrication des CBP pour les différents traitements

Température du traitement (°C)	Temps du traitement (min.)	Longueur moyenne (mm)	Diamètre moyen (µm)	L/D
Pin gris				
20	-	0,53	38,21	13,87
160	60	0,48	34,54	13,90
	120	0,54	49,58	10,89
180	60	0,68	39,05	17,41
	120	0,58	37,47	15,48
200	60	0,67	44,58	15,03
	120	0,61	53,27	11,45
Peuplier faux-tremble				
20	-	0,34	28,83	11,79
160	60	0,43	42,23	10,18
	120	0,40	39,73	10,07
180	60	0,29	37,68	7,70
	120	0,41	35,97	11,40
200	60	0,35	29,74	11,77
	120	0,41	39,76	10,31

### 3.2. *Analyses de variance*

Les résultats de l'analyse de la variance des propriétés mécaniques et physiques sur les effets de l'espèce, de la température et la durée traitement sont résumés dans le tableau 3.2. Les résultats de ces analyses indiquent que les effets de l'espèce et de la température sont significatifs ( $\alpha=0,05$ ) sur l'ensemble des propriétés. À l'exception de l'angle de contact, l'effet du temps de traitement sur les propriétés mesurées est également significatif ( $\alpha=0,05$ ).

L'interaction « Espèce x Température » (AxB) est également significative pour l'ensemble des propriétés mesurées. Ce résultat indique que l'effet de la température sur les propriétés mesurées varie entre le pin gris et le peuplier faux-tremble.

L'interaction « Espèce x Temps » (AxC) est significative pour les propriétés en flexion et le module d'élasticité en traction seulement. Pour les autres propriétés cette interaction est non significative. Quand l'effet de cette interaction est non significatif, l'effet du temps de traitement sur les propriétés mesurées est le même quel que soit l'essence. Par contre, quand cette interaction est significative, l'effet du traitement varie d'une essence à l'autre.

L'effet de l'interaction « Température-temps de traitement » (BxC) sur l'ensemble des propriétés mesurées est significatif. Ainsi, l'effet de la température varie selon le temps du traitement.

L'effet de l'interaction triple « Espèce x Température x Temps » (AxBxC) sur l'ensemble des propriétés mesurées est significatif ( $\alpha=0,05$ ). L'interprétation des interactions triples est généralement complexe. Cependant, nous pouvons affirmer que l'effet d'une combinaison de condition expérimentale sur les propriétés mesurées varient selon l'essence du bois.

### 3.3. *Propriétés mécaniques*

Les résultats des propriétés en traction, de flexion et de résistance à l'impact sont présentés dans les tableaux 3.3 et 3.4. Les mélanges qui ont servi pour la fabrication des CBP testés contenaient l'agent de couplage. Dans un second lieu, nous présenterons les résultats obtenus de l'essai de traction durant lequel nous avons utilisé également des mélanges sans agent de couplage, afin de voir l'effet du traitement thermique seul sur l'adhésion.

#### 3.2.1. *Propriétés en traction*

Comme le montre la figure 3.1, nous remarquons qu'indépendamment du temps du traitement, le MOE et le MOR en traction des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble traitées à 160°C diminuent considérablement par rapport au CBP à base de fibres non traitées. Pour le MOE, on passe de 1,51 GPa à 0,52 GPa pour un traitement d'une durée de 60 min. et de 1,51 GPa à 0,75 GPa pour un traitement de 120 min. Le même effet est observé avec un traitement à 180°C, mais l'on remarque une amélioration par rapport au traitement à 160°C. En revanche, à 200°C, le MOE et le MOR augmentent pour un traitement de 60 min pour atteindre un maximum. Pour la même température, un traitement de 120 min cause une diminution du MOE et du MOR et ces derniers restent inférieurs aux MOE et MOR d'un CBP à base de fibres non traitées.

**Tableau 3.2:** Résultats des analyses de la variance (ANOVA) des propriétés physico-mécaniques

Source	Traction		Flexion 3 points		Impact	Gonflement massique	Angle de contact
	MOE	MOR	MOE	MOR	Énergie		
Espèce (A)	10,15*	564,86**	231,20 **	272,20 **	318,08 **	78,85 ***	78,22 ***
Température° (B)	146,4**	1144,7**	821,91**	864,40 **	115,74 **	16,7 ***	14,02 ***
Temps (C)	7,15*	133,54**	15,815**	29,963 **	81,74 **	5,02 *	0,220 ns
A x B	35,64**	314,05**	103,72**	164,57 **	33,11 **	74,46 ***	12,12 ***
A x C	8,87*	1,04 ns	122,74**	40,99 **	1,56 ns	3,29 ns	0,1ns
B x C	27,88**	43,4 **	114,39**	71,20 **	5,53 *	3,45 *	6,16 **
A x B x C	46,15**	342,50**	225,47**	235,94 **	63,66 **	8,09 **	5,46 *

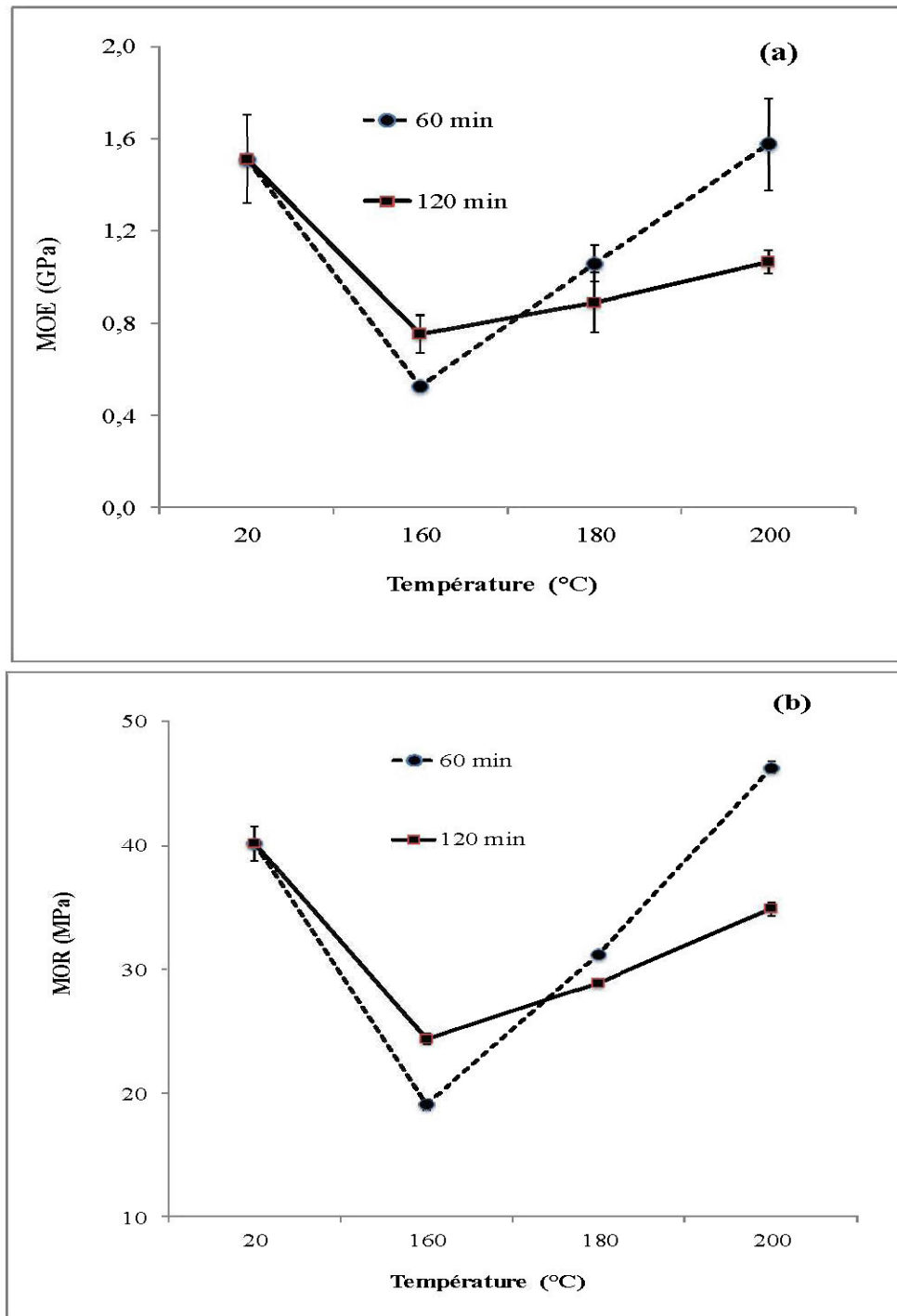
\* : significatif à 0,05; \*\* : significatif à 0,01; \*\*\* : significatif à 0,001; ns : non significatif

**Tableau 3.3:** Propriétés mécaniques des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées)

Température (°C)	Temps (min)	Traction			Flexion			Énergie d'impact (kJ/m <sup>2</sup> )
		MOE (GPa)	MOR (MPa)	$\varepsilon_{max}$ (%)	MOE (GPa)	MOR (MPa)	$\varepsilon_{max}$ (%)	
20	-	1,51 (0,19)	40,17 (1,38)	5,28 (0,19)	2,84 (0,04)	46,32 (0,63)	4,08 (0,02)	17,06 (2,57)
160	60	0,52 (0,02)	19,10 (0,44)	6,10 (0,29)	0,91 (0,07)	22,78 (1,15)	4,07 (0,07)	12,63 (0,91)
	120	0,75 (0,08)	24,36 (0,42)	5,62 (0,10)	1,29 (0,02)	28,44 (0,40)	4,08 (0,02)	12,44 (0,96)
180	60	1,06 (0,08)	31,22 (0,24)	6,04 (0,05)	1,64 (0,02)	33,96 (0,17)	4,10 (0,04)	16,65 (1,32)
	120	0,89 (0,13)	28,90 (0,28)	5,81 (0,10)	1,63 (0,04)	32,87 (0,89)	4,07 (0,04)	13,97 (1,06)
200	60	1,70 (0,20)	46,28 (0,47)	6,50 (0,10)	3,33 (0,08)	50,58 (0,62)	4,17 (0,04)	26,42 (2,03)
	120	1,06 (0,05)	34,90 (0,55)	6,67 (0,21)	1,85 (0,04)	35,76 (0,37)	4,18 (0,06)	17,88 (2,23)

**Tableau 3.4:** Propriétés mécaniques des CBP à base de fibres de pin gris (traitées et non traitées)

Température (°C)	Temps (min)	Traction			Flexion			Énergie d'impact (kJ/m <sup>2</sup> )
		MOE (GPa)	MOR (MPa)	$\varepsilon_{max}$ (%)	MOE (GPa)	MOR (MPa)	$\varepsilon_{max}$ (%)	
20	-	0,96 (0,26)	28,18 (2,88)	5 (0,47)	1,79 (0,207)	33,26 (2,46)	4,11 (0,27)	9,53 (1,20)
160	60	0,78 (0,11)	24,32 (0,84)	6,92 (0,52)	1,46 (0,045)	27,81 (1,22)	4,15 (0,07)	16,51 (3,5)
	120	0,67 (0,08)	21,16 (0,58)	4,84 (0,42)	1,09 (0,040)	24,81 (0,40)	4,01 (0,17)	6,79 (1,14)
180	60	0,48 (0,08)	18,92 (0,85)	5,18 (0,78)	0,80 (0,093)	21,04 (1,22)	4,15 (0,26)	6,50 (0,96)
	120	0,97 (0,09)	23,82 (0,92)	3,61 (0,36)	1,40 (0,079)	26,48 (0,91)	4,05 (0,19)	5,25 (0,64)
200	60	1,44 (0,07)	34,38 (1,92)	5,66 (0,65)	2,14 (0,801)	29,89 (0,93)	4,17 (0,04)	13,72 (2,07)
	120	1,53 (0,20)	36,80 (1,14)	5,97 (0,52)	2,44 (0,159)	42,45 (1,78)	4,1 (0,03)	16,51 (4,02)



**Figure 3.1:** Variation du MOE (a) et du MOR (b) en traction du peuplier en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.

Malgré la diminution des MOE et MOR indépendamment du temps, avec l'utilisation des fibres traitées à 160°C et 180°C, nous constatons que le temps de traitement à 160°C a un effet assez remarquable. À cette température, un traitement pendant 120 min est plus efficace et donne un MOE et un MOR supérieurs à ceux obtenus après 60 min. Cependant, pour un traitement à 180°C, on remarque une légère amélioration en passant de 60 min. à 120 min; ceci fut encore prouvé à 200°C avec une différence plus prononcée.

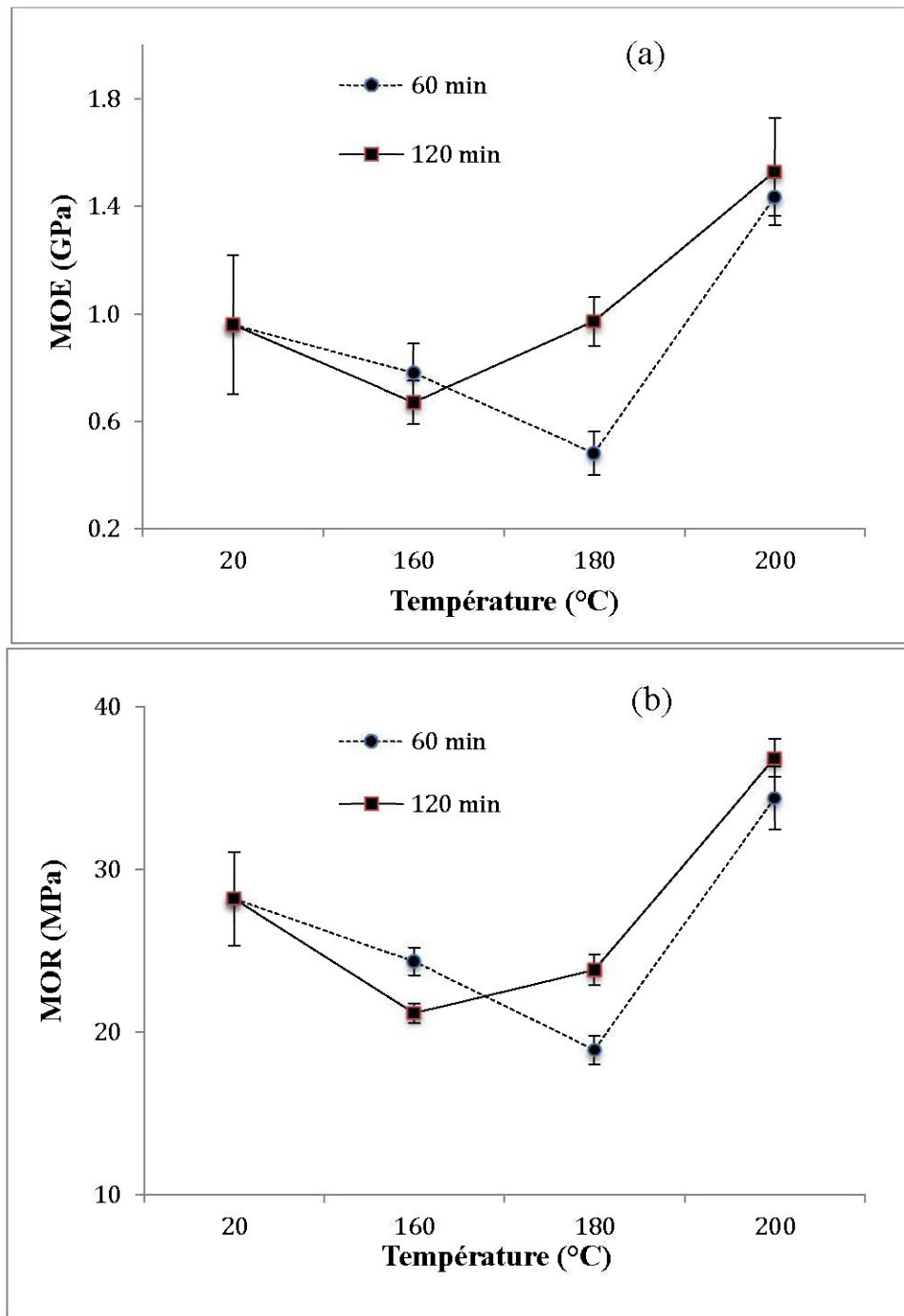
La figure 3.2 représente la variation du MOE et MOR du pin gris en fonction de la température du traitement, pour les deux temps de traitement. Malgré les ressemblances avec les résultats trouvés avec le peuplier faux-tremble, les MOE et MOR en traction varient en fonction de l'essence.

On constate qu'en utilisant le pin gris, le MOE et le MOR diminuent aussi avec un traitement des fibres à 160°C, bien que, dans ce cas, ils continuent à diminuer à 180°C surtout pour un traitement pendant 60 min. À 200°C, les résultats sont similaires à ce qui a été trouvé avec le peuplier faux-tremble, pour un traitement de 60 min. En revanche, pour un temps de traitement de 120 min, les valeurs du MOE et du MOR du CBP à base de pin gris sont toujours supérieures à celles obtenues avec un CBP à base de fibres non traitées. À cette température, le temps n'a presque pas d'effet, contrairement à ce qui avait été trouvé avec le peuplier. On constate qu'en utilisant le pin gris, pour un traitement à 160°C pendant 60 min. on obtient des valeurs de MOE et MOR meilleures que celles trouvées pour un traitement de 120 min, alors que l'inverse a été constaté pour des traitements à 180°C et 200°C.

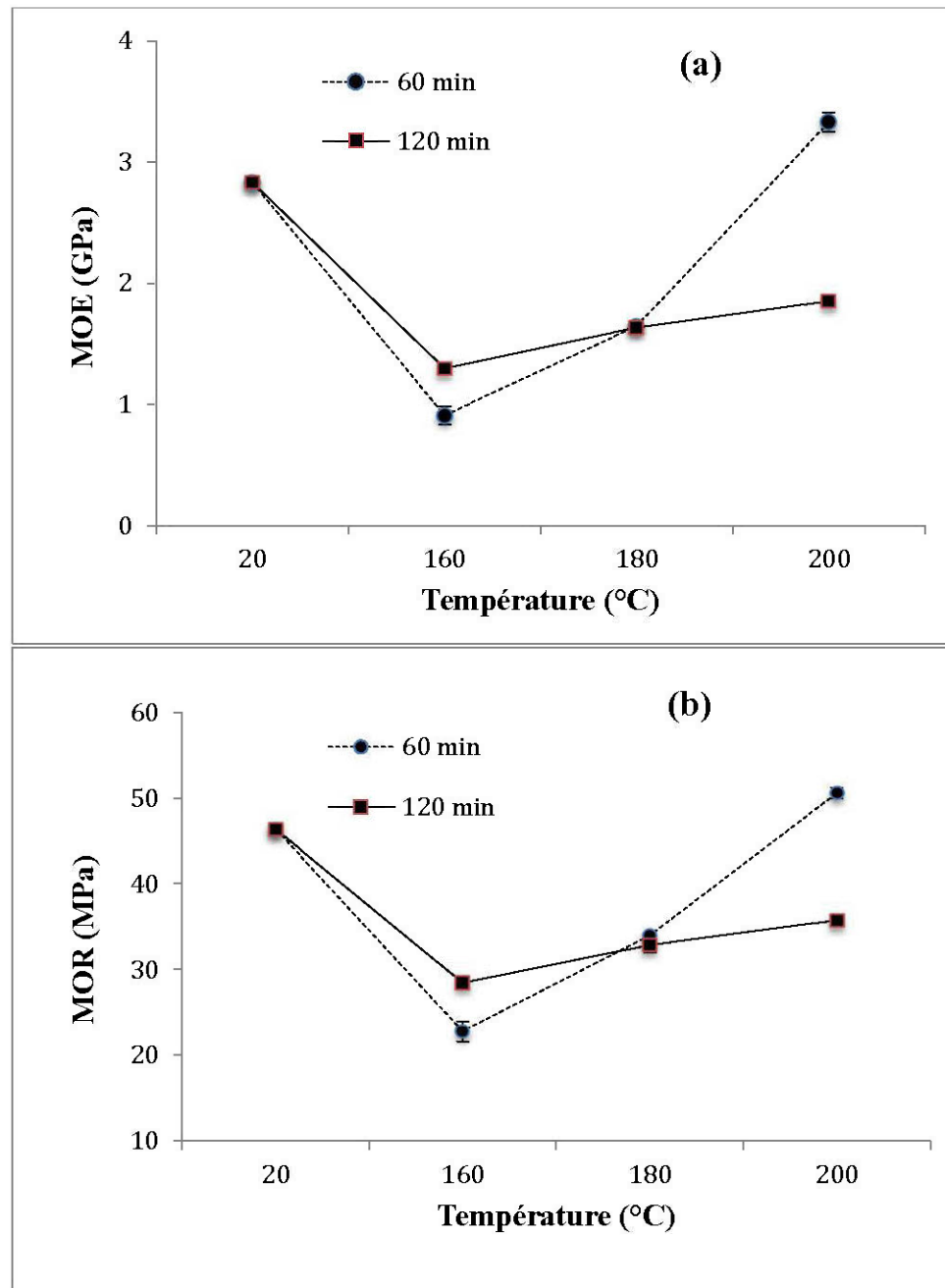
### 3.2.2. *Propriétés en flexion*

Les résultats obtenus des essais de flexion confirment les tendances trouvées par les résultats de traction (figures 3.3 et 3.4). Les meilleures améliorations des propriétés en flexion sont obtenues à des traitements de 200 °C.

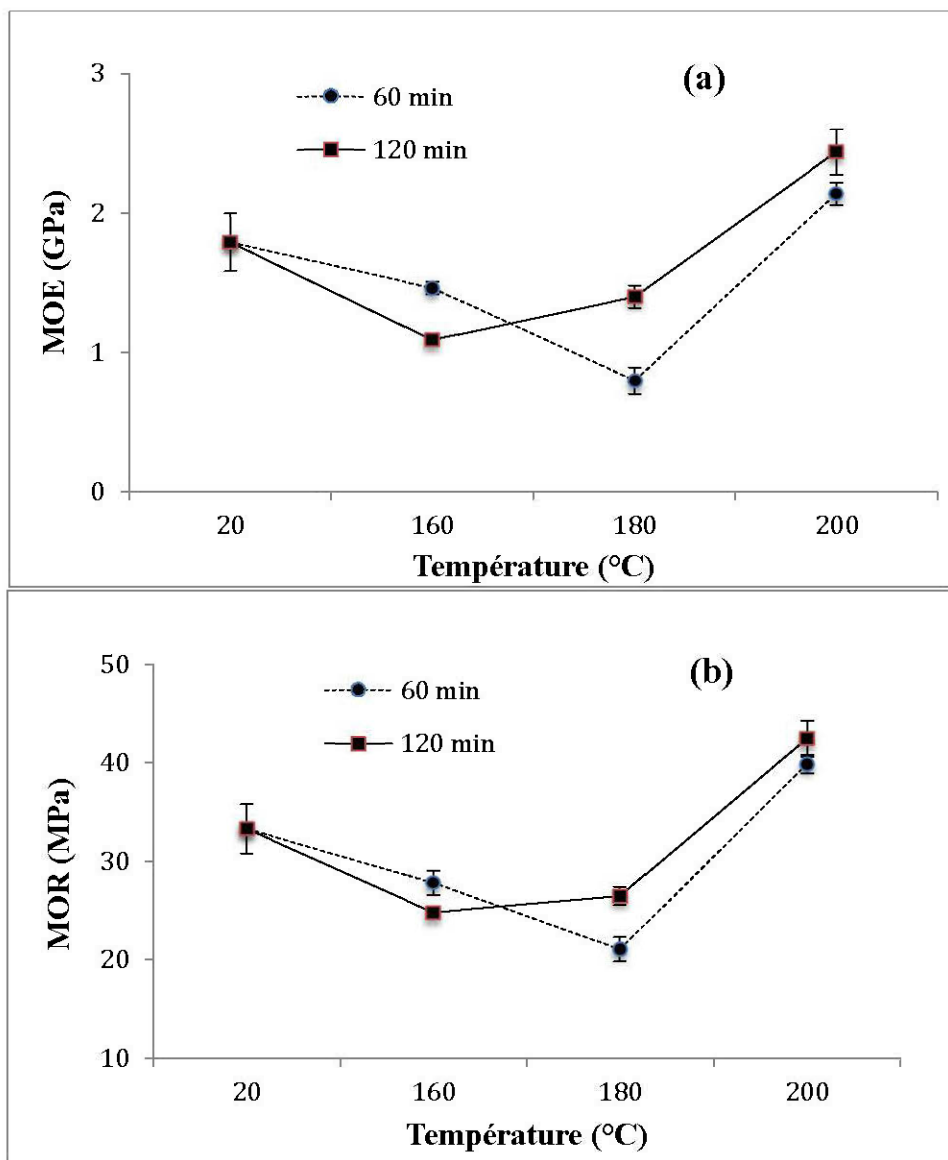




**Figure 3.2:** Variation du MOE (a) et du MOR (b) en traction du pin gris en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.



**Figure 3.3:** Variation du MOE (a) et du MOR (b) en flexion du peuplier en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.



**Figure 3.4:** Variation du MOE (a) et du MOR (b) en flexion du pin gris en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.

### 3.2.3. Énergie d'impact

Concernant les résultats obtenus des essais d'impact, pour le peuplier faux-tremble, le temps de traitement des fibres à 160°C n'a pas d'effet sur les propriétés mécaniques. L'énergie d'impact diminue par rapport aux CBP à base de fibres non traitées.

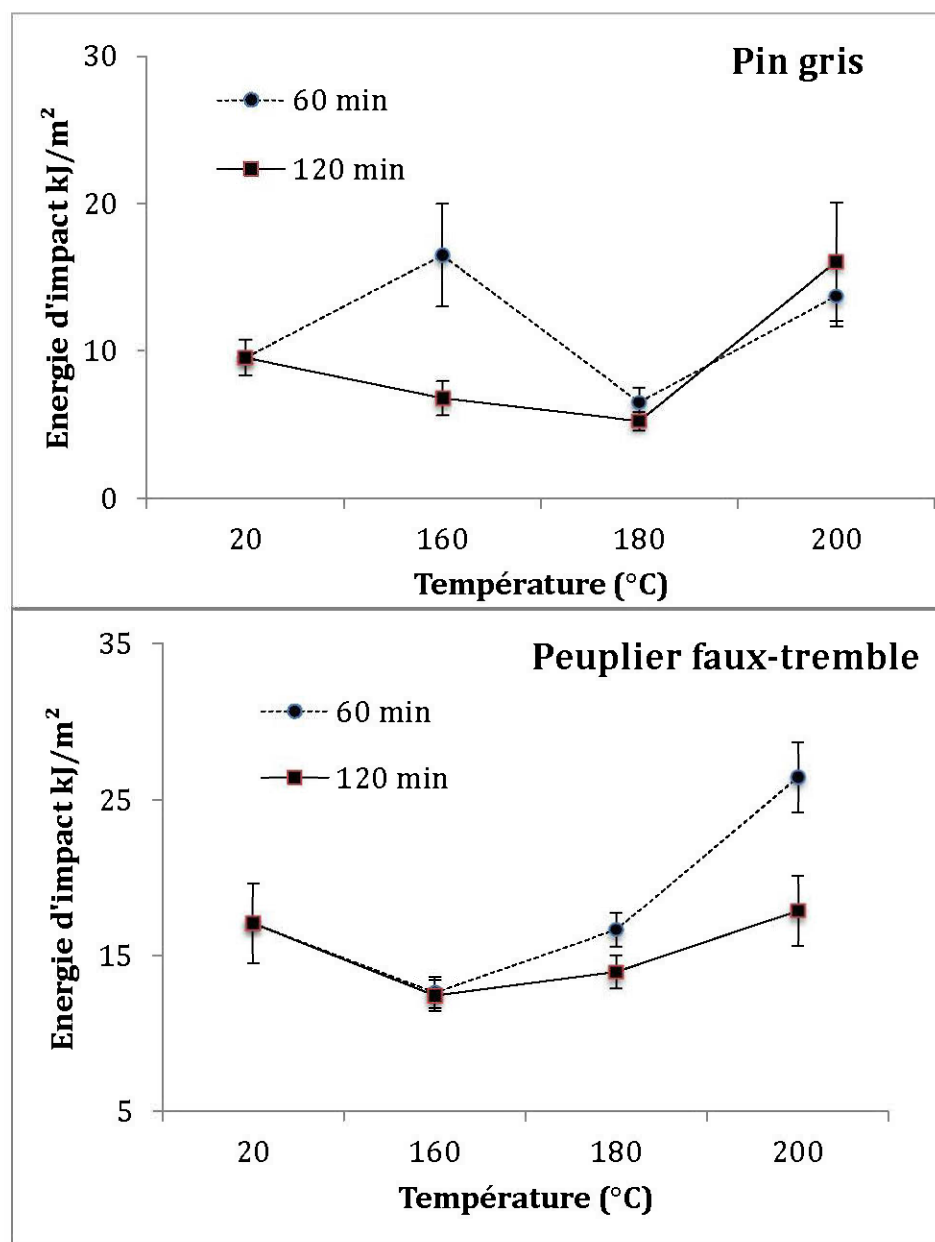
Comme le montre la figure 3.5, à 180°C, l'énergie augmente, comparativement à celle trouvée avec un traitement à 160°C, et continue à augmenter pour les CBP à base de fibres traitées à 200°C. À ces deux températures, la durée du traitement a une influence sur les résultats obtenus. Le traitement de 60 min est plus efficace que celui de 120 min. Le traitement à 200°C pendant 60 min crée une augmentation de l'énergie de plus de 50% par rapport aux CBP à base de fibres non traitées.

En comparant les résultats obtenus pour le peuplier faux-tremble avec ceux trouvés pour le pin gris, nous remarquons quelques ressemblances. Par exemple, pour les deux essences, l'énergie atteint son maximum avec les CBP à base de fibres traitées à 200°C. Toutefois, on constate qu'il y a une différence majeure au niveau des résultats du traitement à 160°C pendant 60 min. Pour le pin gris, l'énergie atteint un maximum alors que pour le peuplier faux-tremble c'est un minimum.

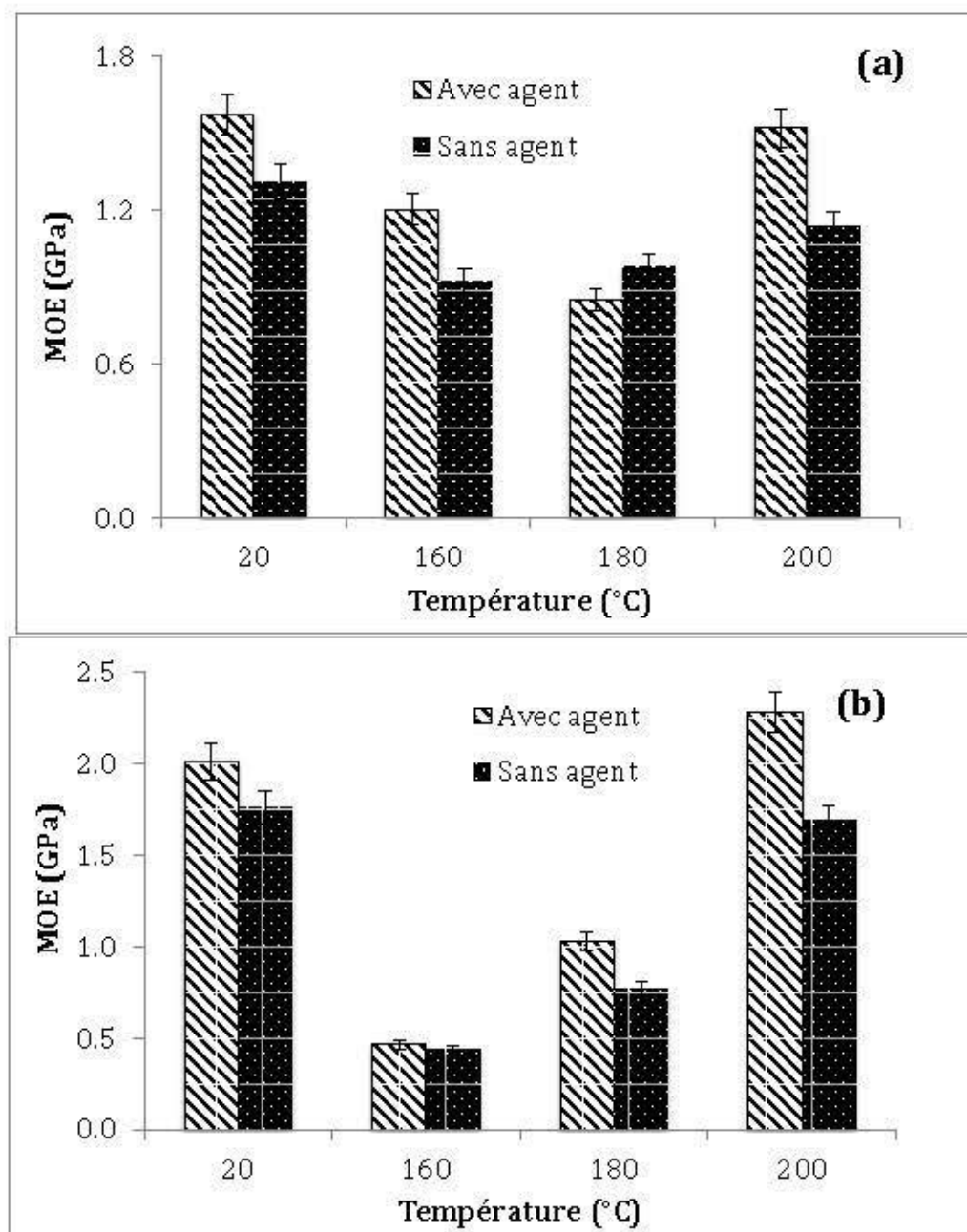
#### *3.2.4. Effet de l'agent de couplage sur les propriétés mécaniques des CBP*

Pour étudier l'influence des traitements effectués sur l'adhésion entre les fibres et la matrice, nous avons tracé les diagrammes représentés sur les figures 3.6 et 3.7 où l'on résume les résultats obtenus après les essais de traction. On remarque qu'avec les deux espèces, indépendamment de la température du traitement et de sa durée, les MOE obtenus avec des CBP sans agent de couplage, à base de fibres traitées sont toujours inférieurs à ceux obtenus pour les CBP avec agent de couplage, à base de fibres non traitées. En comparant les valeurs de MOE obtenues avec les différentes formulations, on constate aussi que les meilleurs résultats sont liés à l'utilisation des fibres traitées à 200°C. Ce qui laisse croire à l'efficacité du traitement à cette température dans l'amélioration de l'adhésion des fibres dans la matrice. Pourtant, le MOE demeure inférieur aux MOE des CBP témoins, fabriqués à base de fibres non traitées, avec agent de couplage. Par conséquent, l'utilisation de l'agent de couplage reste quand même indispensable. Ceci dit, il est important de noter que pour certains CBP à base de fibres traitées, l'ajout de l'agent de couplage n'a pas d'influence sur le

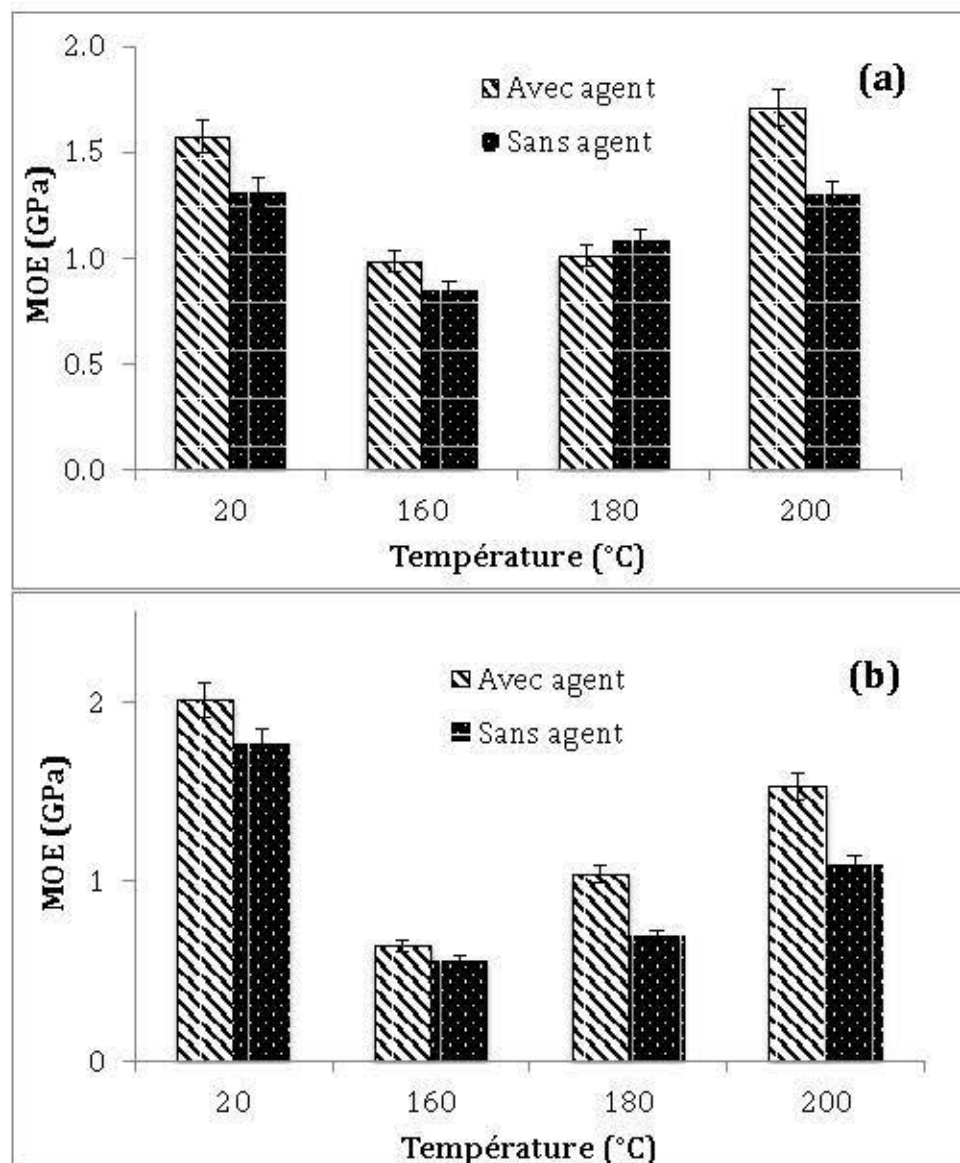
MOE. Ceci est lié au changement au niveau de la structure chimique de la paroi cellulaire, causé par le traitement thermique à certaines températures, la surface de la paroi cellulaire devient incompatible avec l'agent de couplage utilisé.



**Figure 3.5:** Variation de l'énergie d'impact du pin gris et du peuplier faux-tremble en fonction de la température du traitement pendant 60 min. et pendant 120 min.



**Figure 3.6:** Comparaison entre le MOE en traction du CBP avec agent de couplage et sans agent de couplage à base de fibres traitées et non traitées à différentes températures pendant 60 minutes du pin gris (a) et du peuplier faux-tremble (b)



**Figure 3.7:** Comparaison entre le MOE en traction du CBP avec agent de couplage et sans agent de couplage à base de fibres traitées et non traitées à différentes températures pendant 120 minutes du pin gris (a) et du peuplier faux-tremble (b)

Les résultats obtenus des essais mécaniques, à savoir la traction, la flexion et l'essai d'impact IZOD, montrent que le traitement thermique des fibres à 160°C et 180°C, indépendamment du temps du traitement et de l'espèce, diminue les propriétés

mécaniques des CBP. Cependant, un traitement à 200°C est généralement à l'origine d'une amélioration même si elle est minime dans certains cas. Les résultats qu'on a trouvés confirment ceux établis par plusieurs études au sujet de l'effet du traitement thermique du bois sur les propriétés mécaniques des composites à base de bois. Selon Ayirmis et al. (2015) l'incorporation de farine de charbon dans les CBP a amélioré de manière significative les propriétés de flexion. Le MOE et le MOR, pour une formulation qui contient 60% de farine de bois, sont de l'ordre de 22,4 MPa et 2,42 GPa, respectivement. Alors qu'ils sont égaux à 28,2 MPa et 3,14 GPa pour des CBP à base de 60% de farine de charbon de bois. Dans la même étude, la cohésion interne augmente avec la teneur en farine charbon. Pour des CBP à base de fibres non traitées, elle est égale à 1,15 MPa alors qu'elle est égale à 1,88 MPa pour les CBP à base de farine de charbon de bois. L'amélioration de la cohésion interne montre clairement que l'adhérence interfaciale entre la matrice polymère et la charge de bois a été améliorée en utilisant la farine de charbon de bois.

Shi et al. (2007) ont étudié le comportement mécanique de certaines espèces au Québec, traitées thermiquement selon le procédé ThermoWood, et en a conclu que le module de rupture subissait une diminution entre 0% et 49% pour l'épinette, le pin, le sapin et le peuplier faux-tremble traités thermiquement. D'un autre côté, le MOR du bouleau a légèrement augmenté (6%) après le traitement thermique. Le module d'élasticité de l'épicéa et du pin traités thermiquement diminue entre 4% et 28%. Cependant, pour le sapin, le peuplier faux-tremble et le bouleau, le module d'élasticité a généralement augmenté (Shi et al. 2007). Cela confirme que l'influence du traitement thermique dépend de l'espèce utilisée. Les modifications apportées par les traitements thermiques sur la structure chimique des fibres de bois pourraient être la cause principale du changement remarqué au niveau des propriétés mécaniques (Winandy et Rowell 1984), les composants principaux de la paroi cellulaire (hémicellulose, cellulose et lignine) contribuent à divers degrés à la résistance du bois. La dégradation des hémicelluloses a été proposée comme le facteur majeur de la



perte de résistance mécanique, affectant en particulier la flexion et la traction, mais également la cristallisation de la cellulose amorphe, qui pourrait jouer un rôle important. Des réactions de polycondensation de la lignine entraînant la réticulation sont mentionnées comme ayant un impact positif (Boonstra et al. 2007). Une relation étroite entre la teneur en hémicelluloses et la résistance à la flexion a été aussi rapportée par plusieurs auteurs (Winandy et Lebow 2001; Esteves et al. 2008).

Garrote et al. (2001) confirment que la perte des propriétés mécaniques des CBP contenant des fibres de bois traitées thermiquement pourrait être liée à la formation de produits chimiques acides solubles tels que l'acide formique et l'acide acétique, à partir de la dégradation de l'hémicellulose. Ces acides accélèrent la dépolymérisation de la cellulose en décomposant la cellulose à longue chaîne (structure cristalline) à des chaînes plus courtes.

Dans notre cas, l'amélioration des propriétés mécaniques à 200°C pourrait être associée à l'amélioration au niveau de l'adhésion entre les fibres de bois et la matrice. Cette hypothèse a été aussi confirmée par Kaboorani et al. (2008). Ils ont constaté que le traitement thermique du bois s'avère être un bon moyen d'améliorer la performance des composites. Le traitement thermique du bois à 205°C et 190°C a donné lieu à des composites à résistance et module d'élasticité plus élevés comparativement au traitement à 175°C. Le traitement thermique rend le bois plus compatible avec la matrice plastique, donnant lieu à des améliorations sur la résistance et le MOE des CBP. L'ajout d'un agent de couplage a amélioré la résistance des matériaux composites et l'utilisation du bois traité à la chaleur augmente l'efficacité de ce même agent en lui permettant de créer plus de liaisons avec les groupes hydroxyle qui deviennent plus accessibles (Kaboorani et al. 2008)

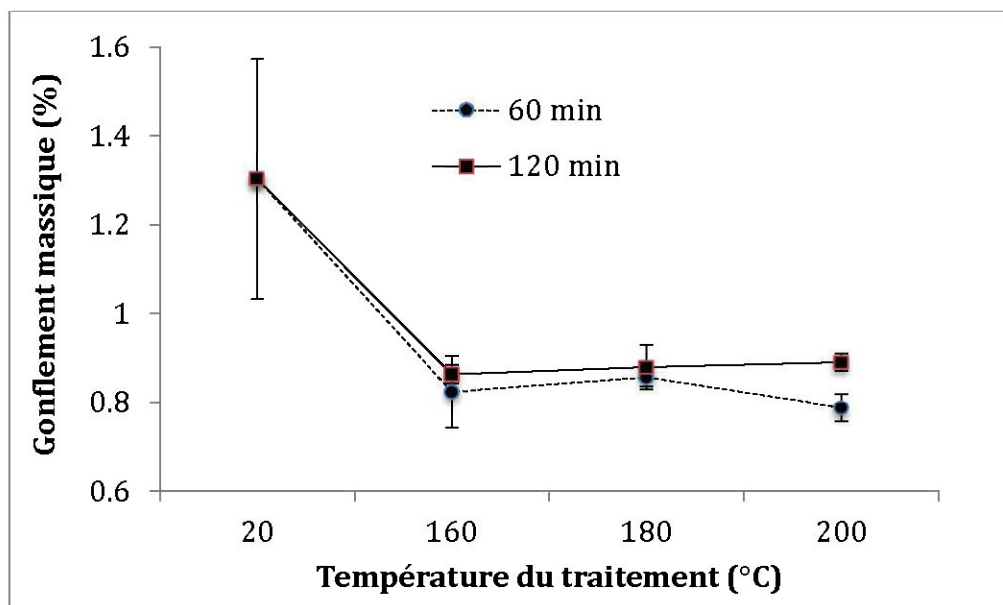
### 3.3. Propriétés physiques

#### 3.3.1 Stabilité dimensionnelle

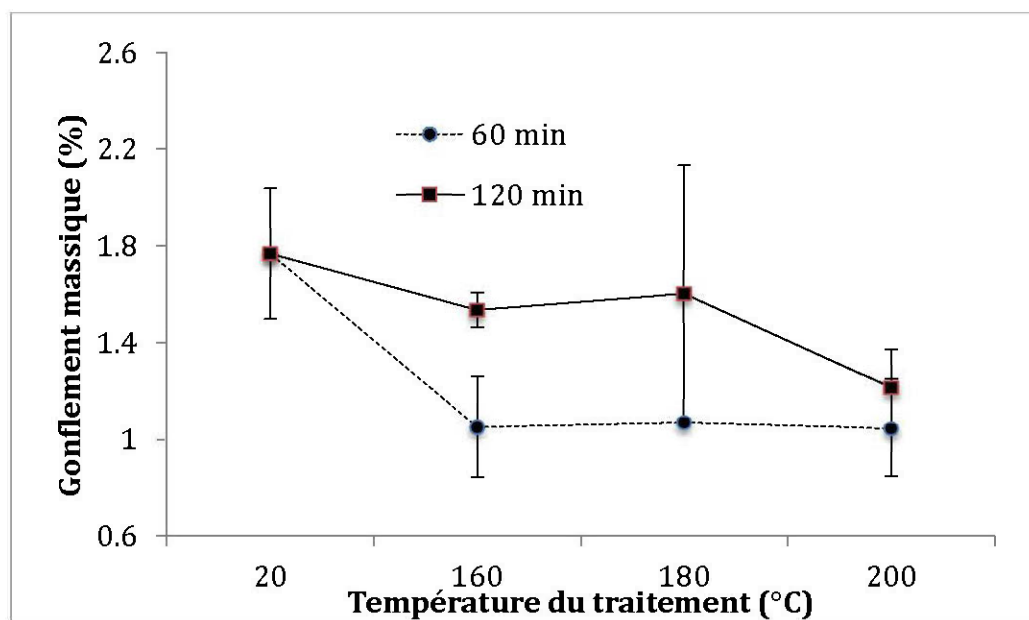
Les résultats des essais d'immersion dans l'eau (Tableau 3.5, Figures 3.8-3.9) montrent que l'absorption d'eau des CBP varie en fonction de la température du traitement et en fonction du temps de traitement dans certains cas. Le gonflement massique du peuplier faux-tremble diminue de 1,3% pour un CBP à base de fibres non traitées et de 0,8% pour des CBP à base de fibres traitées à 160°C, indépendamment du temps du traitement, ce qui représente une diminution de plus que 35% (Figure 3.8). On constate aussi que l'augmentation de la température du traitement à plus de 160°C n'a pas une influence considérable sur le résultat déjà obtenu. Cependant, à 200°C, on remarque qu'on atteint un minimum de gonflement massique de 0,7% pour un traitement de 60 min.

**Tableau 3.5:** Gonflement massique des CBP à base de fibres de pin gris et de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées)

Température (°C)	Temps (min)	Gonflement massique (%)	
		Pin gris	Peuplier faux-tremble
20	-	1,76 (0,27)	1,30 (0,27)
160	60	1,05 (0,21)	0,82 (0,08)
	120	1,53 (0,07)	0,86 (0,02)
180	60	2,24 (0,29)	0,85 (0,02)
	120	1,60 (0,53)	0,87 (0,05)
200	60	1,04 (0,20)	0,78 (0,03)
	120	1,21 (0,16)	0,88 (0,02)



**Figure 3.8:** Gonflement massique des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble en fonction de la température et du temps du traitement.

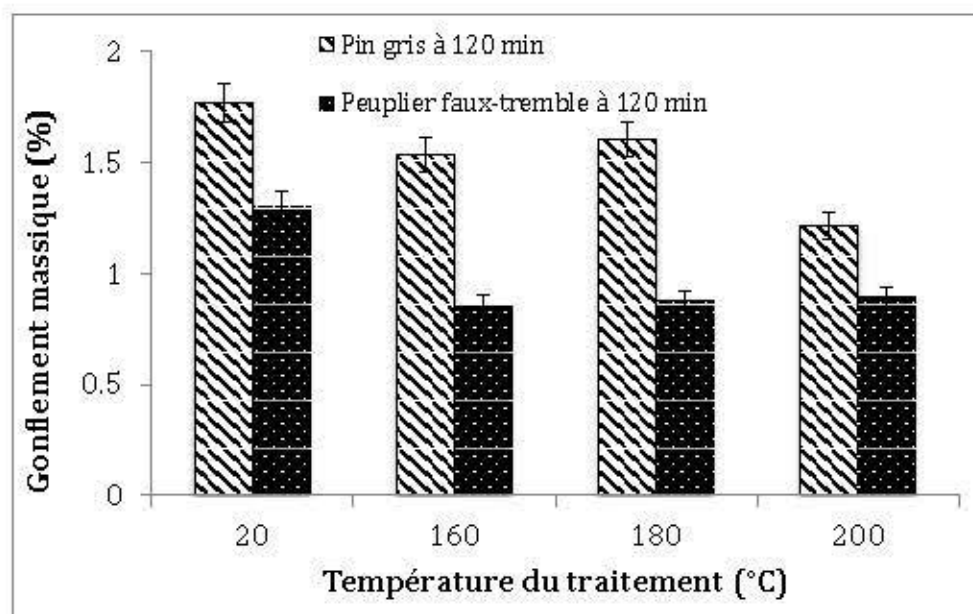


**Figure 3.9:** Gonflement massique des CBP à base de fibres de pin gris en fonction de la température et du temps du traitement

Les résultats obtenus avec le pin gris confirment le fait que, pour les traitements des fibres pendant 120 min, le gonflement massique des CBP diminue. Sur la figure 3.9, on constate qu'un traitement de 60 min est plus efficace à 160°C et à 200°C. À 180°C, le résultat trouvé pour un traitement de 60 min présente une augmentation inattendue du gonflement massique des CBP. Ainsi, on ne le présente pas sur la figure 3.9. De plus, si avec le peuplier faux-tremble, l'influence de la température reste presque la même pour des températures supérieures à 160°C, avec le pin gris on remarque qu'un traitement des fibres à 200°C permet d'obtenir de meilleurs résultats, notamment lorsqu'on le compare aux traitements de 120 min.

Les CBP de peuplier faux-tremble présentent un gonflement massique inférieur à celui du pin gris (Figure 3.10). Ceci peut être expliqué par les résultats trouvés par l'analyse de qualité de la fibre où on a constaté que le ratio L/D des fibres du pin est supérieur à celui du peuplier faux-tremble. On note aussi que le traitement thermique a plus d'effet sur l'hygroscopicité des CBP à base de peuplier faux-tremble que sur celle des CBP à base de pin gris. La différence au niveau de la structure chimique de la paroi cellulaire entre les deux espèces peut être à l'origine de ce résultat.

Les résultats montrent que le traitement thermique des fibres réduit l'absorption d'eau des matériaux composites, en excluant le cas particulier du pin gris traité à 160°C pendant 60 min. Ces résultats confirment ceux trouvés dans des études antérieures (Liu et al. 1994). Les CBP absorbent l'humidité en raison du caractère hydrophile de la charge de bois. Les composants principaux du bois, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, ont des capacités différentes à se lier ou à emmagasiner l'eau. Dans l'ordre, l'hémicellulose est l'élément le plus susceptible d'absorber l'eau; vient ensuite la cellulose et enfin la lignine (Fang et al. 2013). L'amélioration due au traitement thermique, est causée par le clivage du groupe acétyle de l'hémicellulose et par la production d'acides organiques, principalement de l'acide acétique. Les acides libérés catalysent la dépolymérisation de l'hémicellulose (Mosier et al. 2005).



**Figure 3.10:** Comparaison entre le gonflement massique des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble et de pin gris en fonction de la température et du temps du traitement

L'eau dans les CBP peut exister dans trois régions, à savoir le lumen des cellules du bois, les parois cellulaires du bois et les écarts entre la charge et la matrice dans la région d'interface (Karmaker 1997). L'amélioration de la compatibilité de la matrice et de la charge, en raison d'une diminution du caractère hydrophile du bois, peut arranger la liaison interfaciale et réduire l'écart entre la matrice et la charge, limitant ainsi la pénétration de l'eau dans cet espace. Fang et al. (2013) ont confirmé cette hypothèse dans une étude où il a constaté que les fibres traitées à 180°C ont absorbé un peu plus d'humidité que celles traitées à 150°C. Cependant, les composites contenant des fibres traitées à 180°C ont absorbé moins d'eau que ceux contenant les fibres traitées à 150°C et il en a conclu que la fonction hydroxyle supérieure de fibres de chanvre traitées à 180°C a également abouti à une meilleure liaison entre la surface des fibres et de la matrice (Fang et al. 2013).

### 3.3.2 Propriétés thermiques

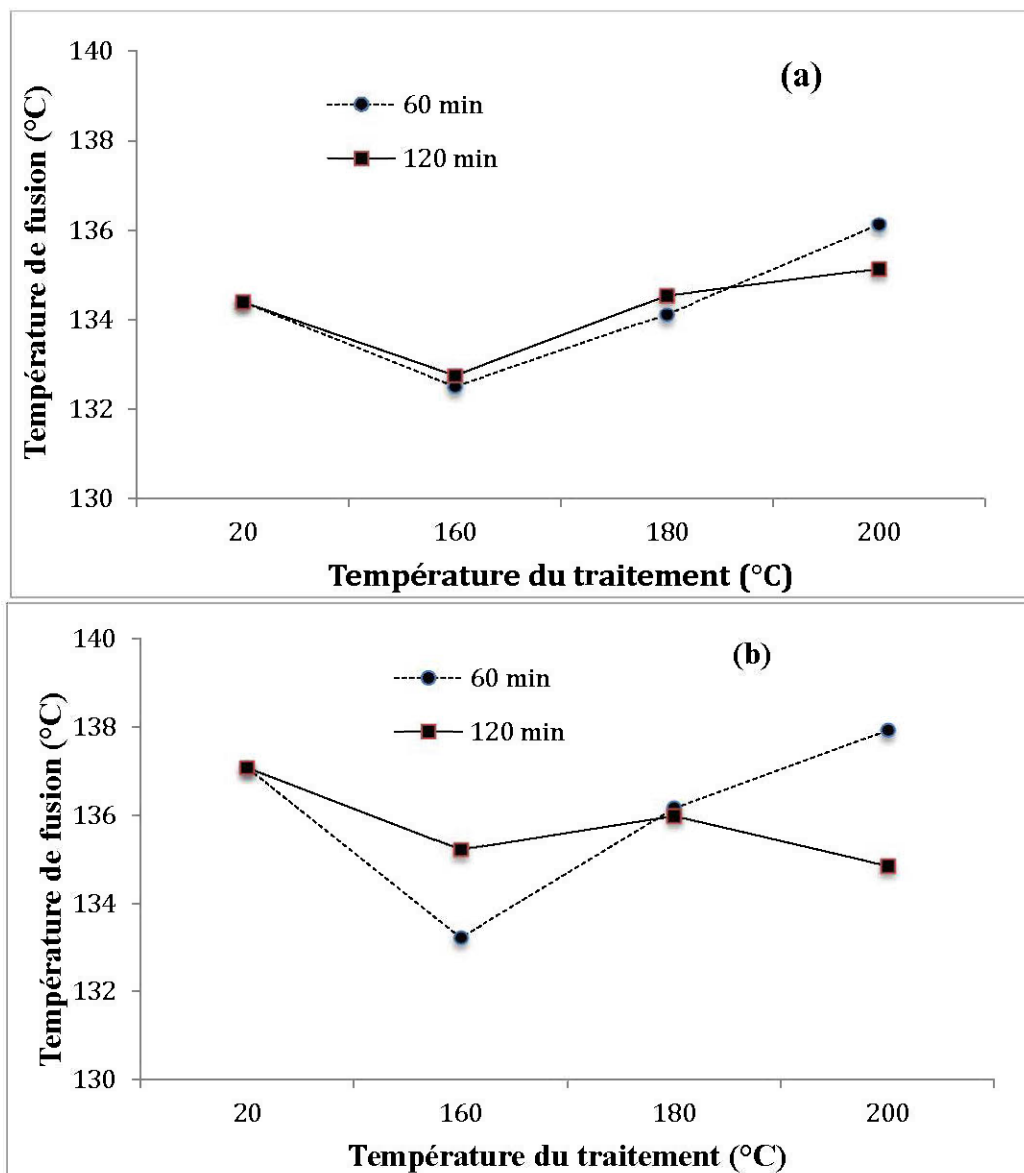
Les résultats des essais de calorimétrie différentielle à balayage (Tableau 3.6) montrent que la température de fusion, la température de cristallinité et le taux de cristallinité varient avec la température et le temps de traitement, ainsi qu'avec l'utilisation ou non d'un agent de couplage.

**Tableau 3.6:** Résultats des études de la calorimétrie différentielle à balayage des CBP de fibres de peuplier faux-tremble avec et sans agent de couplage

Température du traitement (°C)	Temps du traitement (min.)	Température de fusion (°C)	Température de cristallisation (°C)	Taux de cristallinité (%)
Avec agent de couplage				
-	-	134,39	115,69	59,90
160	60	132,51	114,5	63,50
	120	132,75	112,85	58,25
180	60	134,13	113	61,98
	120	134,54	113,61	60,85
200	60	136,12	113,83	63,11
	120	135,14	113,38	60,20
Sans agent de couplage				
-	-	137,08	114,57	70,66
160	60	133,22	114,24	69,84
	120	135,21	113,87	69,97
180	60	136,16	113,52	74,87
	120	135,98	113,07	70,70
200	60	137,93	113,52	72,87
	120	134,85	114,5	78,13

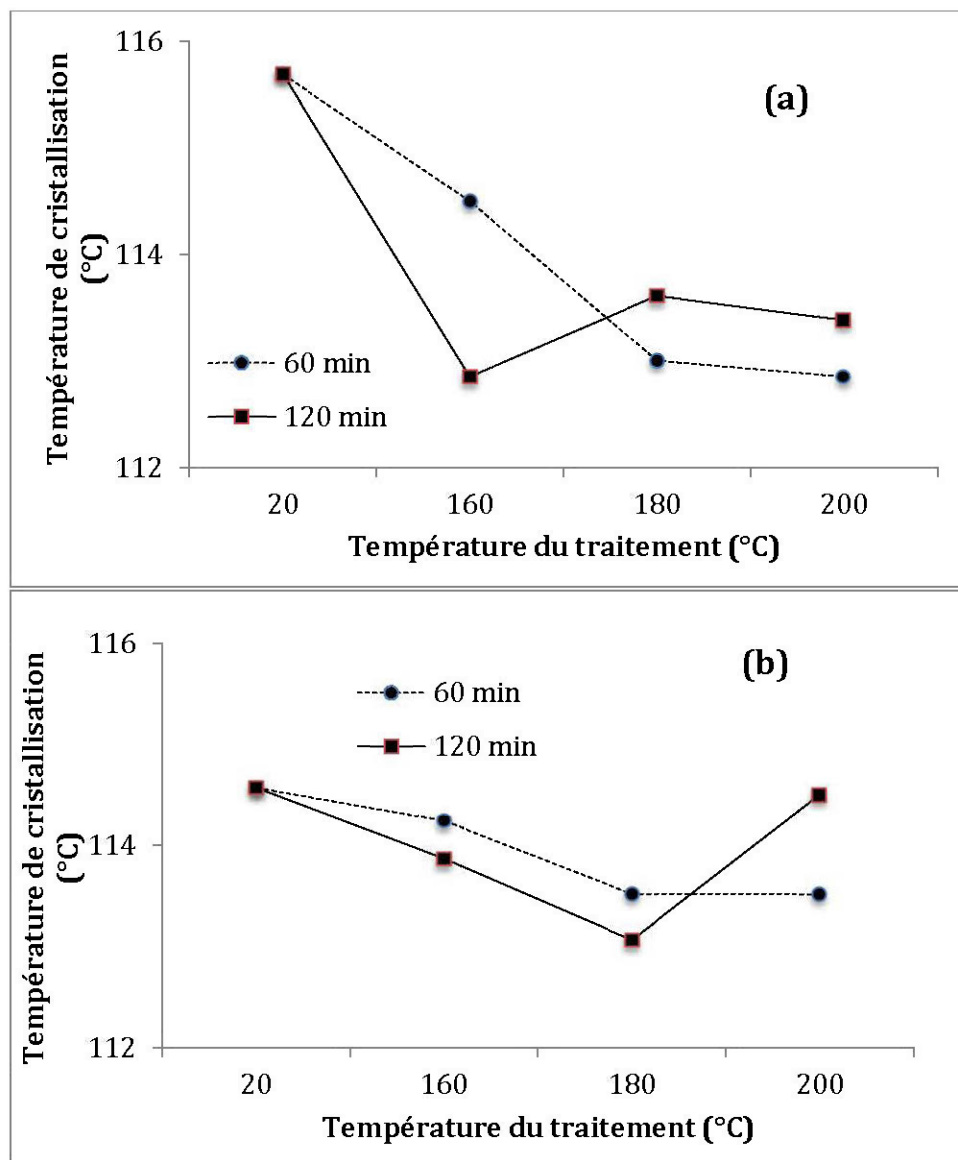
Le traitement thermique des fibres à 200°C, indépendamment du temps, augmente la température de fusion des CBP avec agent de couplage, par rapport à ceux à base de fibres non traitées (Figure 3.11a). Cependant, un traitement à 160°C diminue la température de fusion et, à 180°C, le traitement n'a pas vraiment d'influence sur ce paramètre. Pour les CBP fabriqués sans agent de couplage (figure 3.12b), on remarque que le traitement des fibres provoque une diminution de la température de cristallisation, ce qui n'est pas le cas pour un traitement à 200°C pendant 60 min. Si pour les CBP avec un agent de couplage le temps de traitement n'a pas un effet considérable, pour les CBP sans agent de couplage, le temps de traitement joue un rôle important. À la figure 3.11b, on remarque que pour un CBP à base de fibres traitées à 200°C, la température de fusion passe de 135°C à 138°C.

La figure 3.13 présente la variation du taux de cristallinité en fonction de la température et du temps du traitement, avec ou sans agent de couplage. On constate que pour les CBP sans agent de couplage, un traitement à 160°C n'influence pas le taux de cristallinité et qu'un traitement à 200°C l'augmente indépendamment du temps du traitement. Par contre, un traitement à 180°C est plus efficace quand il est appliqué pendant, 60 min qu'à 120 min. Pour cette durée (120 min.) le taux de cristallinité ne varie pas. Pour les CBP avec un agent de couplage, on remarque que le temps du traitement joue un rôle important par rapport à son influence sur le taux de cristallinité.

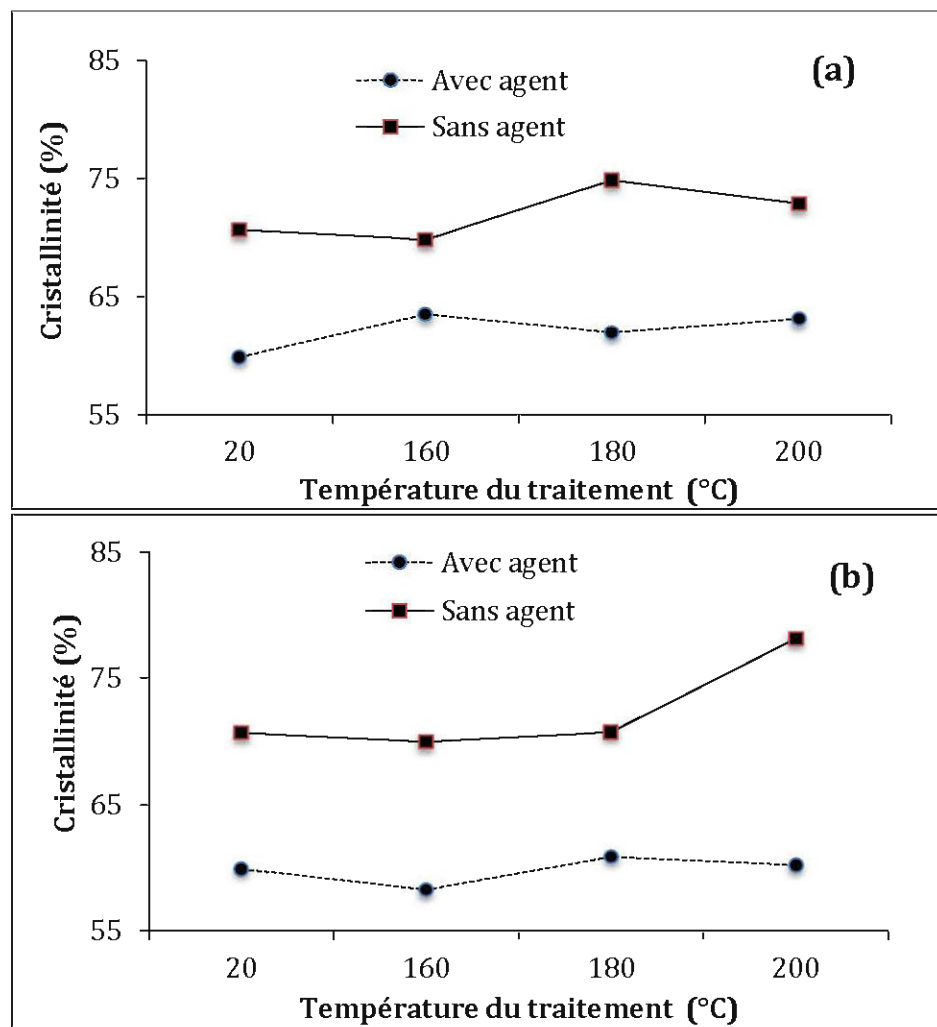


**Figure 3.11:** Variation de la température de fusion des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées) avec agent (a) et sans agent (b) de couplage.





**Figure 3.12:** Variation de la température de cristallisation des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées) avec agent (a) et sans agent (b) de couplage



**Figure 3.13:** Variation de la cristallinité des CBP avec agent et sans agent à base de fibres de peuplier faux-tremble (traitées et non traitées) pendant 60 min. (a) et 120 min. (b)

Les résultats trouvés montrent que le traitement thermique des fibres de bois baisse la température de cristallisation des CBP et augmente le taux de cristallinité pour certaines conditions, quoique cela reste stable pour d'autres. Des travaux antérieurs rapportent que l'addition de particules de bois dans HDPE donne lieu à une augmentation de  $T_c$  et  $X_c$ . Cela est dû à la capacité de nucléation des particules de bois dans la cristallisation de PEHD. En effet, l'activité de nucléation hétérogène de

bois décale le pic exothermique DSC vers une température plus élevée, et ce, en fonction du type de particules de bois (Bouafif et al. 2009b). Après l'addition de fibres de sisal à une matrice de polypropylène, Joseph et al. (2003) ont observé une augmentation de la température de cristallisation et de la cristallinité. Dans notre cas, il est probable que la modification chimique causée par le traitement thermique ait amélioré la capacité de nucléation des fibres de bois essentiellement celles traitées à 200°C. Cet effet est plus prononcé dans les CBP sans agent de couplage. Mathew et al. (2006) ont étudié comment la taille, la composition chimique et la topographie de surface des matériaux cellulosiques affectent la cristallisation de l'acide polylactique. Ils ont constaté que la cellulose microcristalline et de farine de bois ont une meilleure capacité de nucléation que les fibres de cellulose. Borysiak et al. (2006) ont rapporté que la conversion d'un cristal de polypropylène isotactique a été fortement modifiée par un traitement chimique de la surface de la charge, avec des conséquences potentielles sur la capacité de nucléation du bois. Ils ont indiqué que l'amélioration de l'interaction entre le pin et la matrice polymère a provoqué une diminution des propriétés de nucléation des charges et de la cristallisation du polypropylène isotactique. Ces résultats concordent avec les résultats de la présente étude. Le taux de cristallinité est meilleur sans l'ajout d'un agent de couplage vu que ce dernier assure une bonne adhésion entre les fibres et la matrice ce qui affaiblit les propriétés de nucléation des fibres. D'autre part, on a trouvé que le traitement thermique à 200°C améliore l'adhésion entre les fibres et la matrice

### *3.4. Propriétés de surface.*

#### *3.4.1 Observation au microscope électronique à balayage*

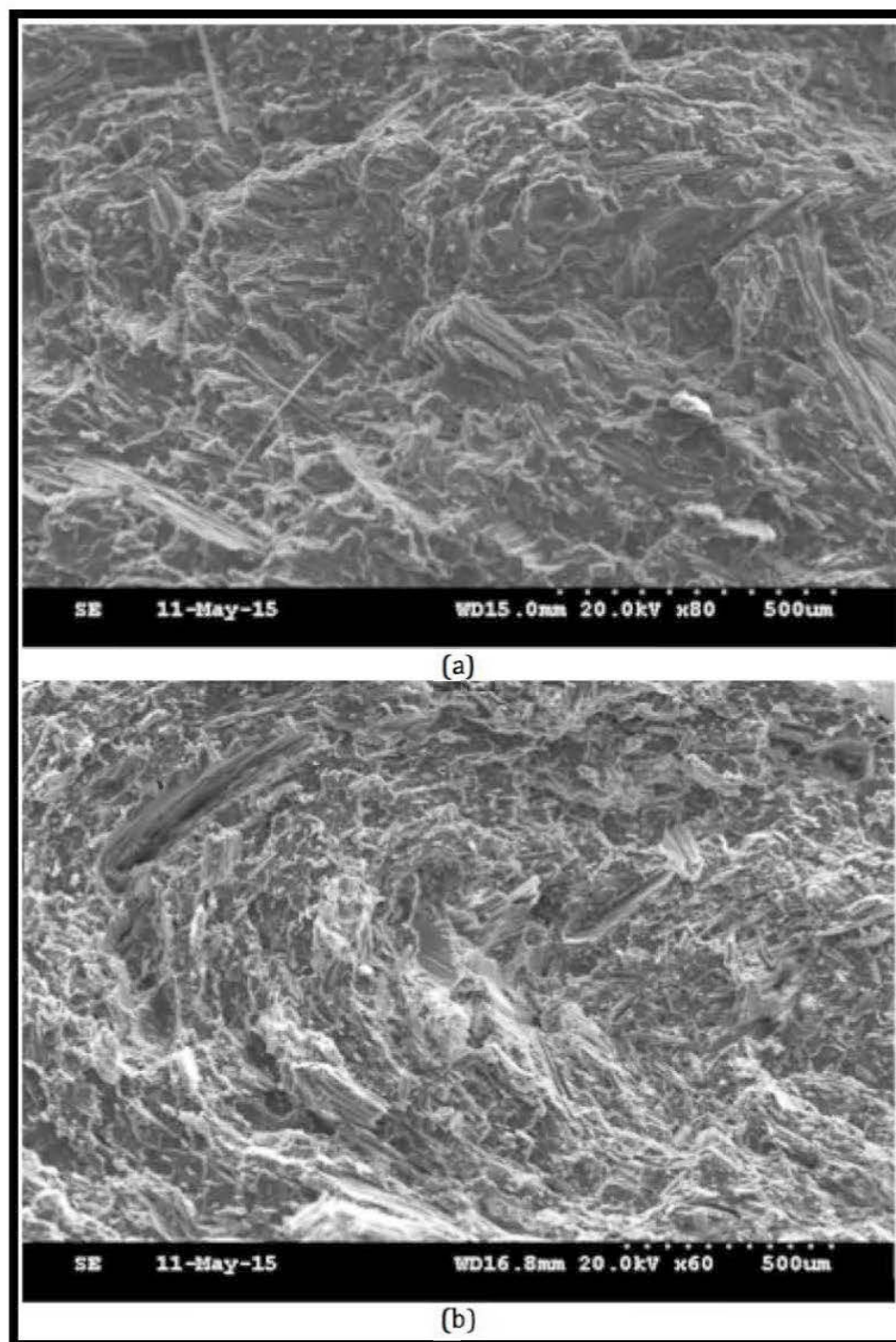
Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) permettent de vérifier l'effet du traitement thermique sur l'adhésion entre les fibres et la matrice. L'agent de couplage est indispensable pour un CBP à base de fibres non traitées (Figure 3.14). La figure 3.14b présente plusieurs cavités, comparée à la figure 3.14a,

causées par l'arrachement des fibres au moment de la rupture indiquant une mauvaise adhésion.

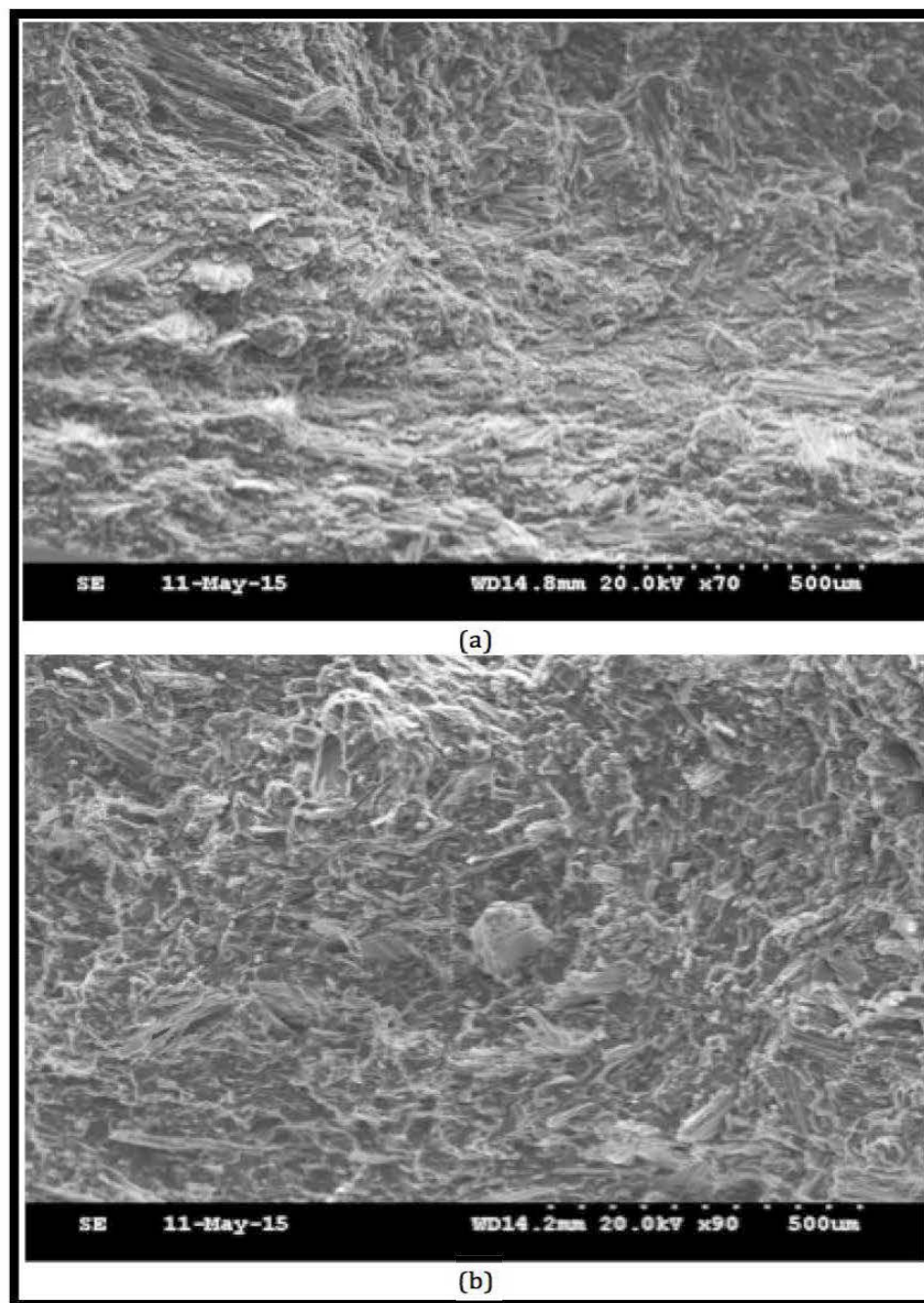
À la figure 3.15, on peut clairement remarquer l'effet du traitement thermique à 200°C pendant 120 min sur l'adhésion entre les fibres de peuplier faux-tremble et la matrice. On remarque l'absence de cavités sur l'échantillon de CBP à base de fibres traitées et de CBP sans l'utilisation d'un agent de couplage (figure 3.15b). Avec l'agrandissement utilisé à la figure 3.15, il est difficile d'observer des différences entre les échantillons avec (Figure 3.15a) et sans agent de couplage (Figure 3.15b). Avec un meilleur agrandissement (Figure 3.16), on peut voir que la fibre est bien encastrée dans la matrice polymérique.

On peut constater également des observations des échantillons sur les figures 3.14 et 3.15, qu'il n'y a pas une orientation bien définie des fibres. Cela peut avoir une influence sur les propriétés des CBP, particulièrement les propriétés mécaniques.

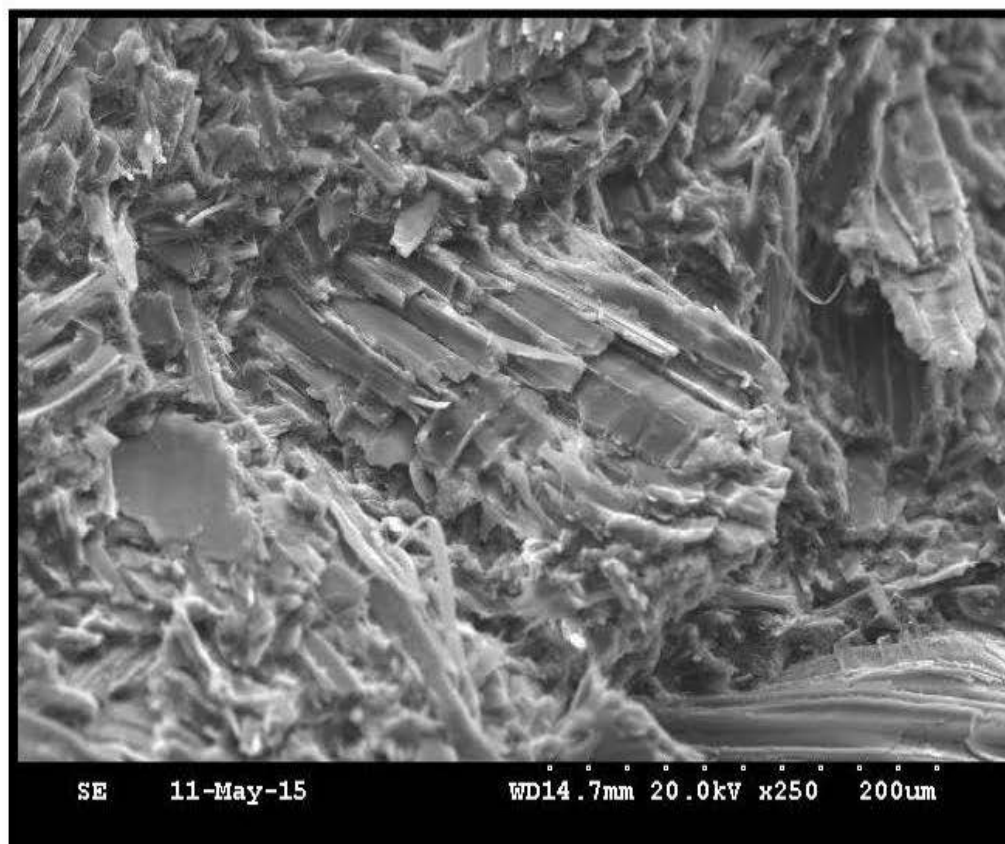
Les observations au microscope électronique à balayage sur un échantillon de CBP à base de fibres traitées à 160°C montrent plusieurs cavités (Figure 3.17). Même avec un agent de couplage, un traitement à 160°C a un effet négatif sur l'adhésion, ce qui explique la diminution des propriétés mécaniques comme nous l'avons déjà mentionné.



**Figure 3.14:** Observations au microscope électronique à balayage d'un CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble, non traitées, avec (a) et sans (b) agent de couplage



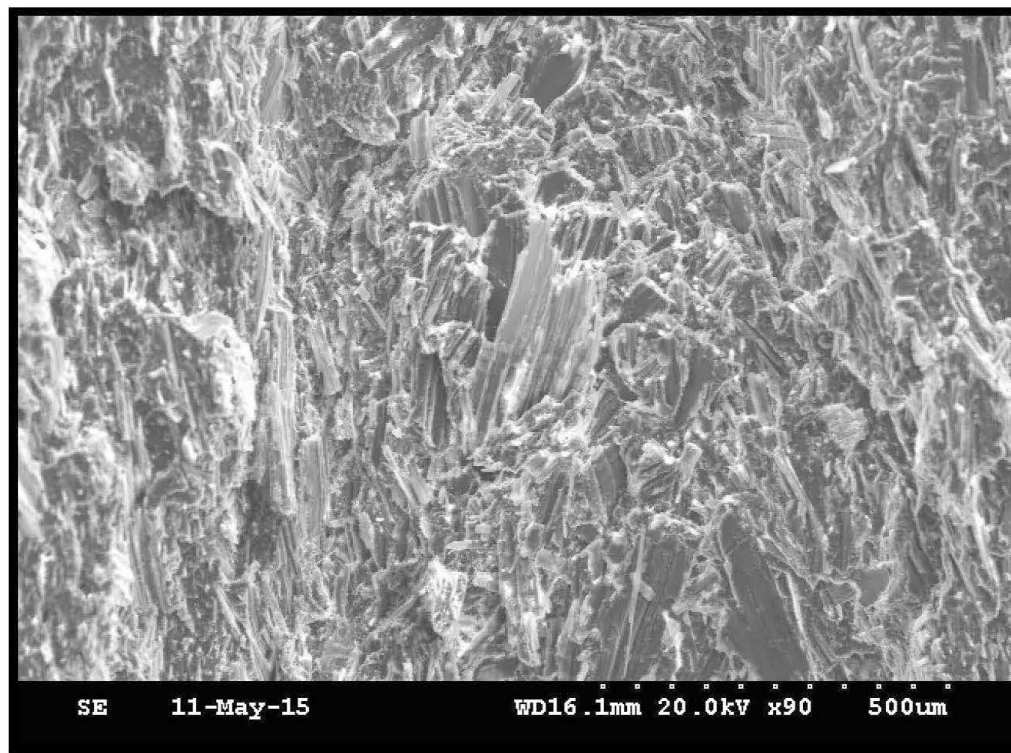
**Figure 3.15:** Observations au microscope électronique à balayage d'un CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble, traitées à 200°C pendant 120 min, avec (a) et sans (b) agent de couplage



**Figure 3.16:** Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble traitées à 200°C pendant 120 min, sans agent de couplage

Les observations des échantillons des CBP à base de peuplier faux-tremble, traitées et non traitées, avec et sans agent de couplage, ont confirmé les résultats des essais mécaniques. D'une part, ces observations ont confirmé l'importance de l'agent de couplage pour des CBP à base de fibres non traitées. Les agents de couplage créent en effet une structure de réticulation sur la surface du bois. Un peu de polymère est alors greffé sur le bois par des agents de couplage.





**Figure 3.17:** Observation microscopique à balayage d'un CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble traitées à 160°C pendant 60 minutes, avec agent de couplage

Ainsi, le bois modifié a une surface similaire à la matrice (Lu 2003). Zabihzadeh et al. (2008) ont confirmé que les propriétés mécaniques sont beaucoup plus élevées pour les composites avec un agent de couplage. L'utilisation de 2% d'agent de couplage a amélioré la résistance à la traction de 43% et le module de traction de 116%. Des micrographies MEB des surfaces de rupture ont montré une différence évidente entre les composites avec et sans agent de couplage. Ils ont observé un plus petit nombre de trous et de nombreuses fibres cassées avec les extrémités encastrées dans la matrice de polymère. Ces résultats suggèrent que l'adhérence entre la matrice et les fibres est très bonne et concordent avec ceux de la présente étude.

D'autre part, les observations ont montré que le traitement à 200°C des fibres améliore l'adhésion entre les fibres et la matrice. Cependant, un traitement à 160°C l'a négativement affectée. Ceci confirme les résultats des essais mécaniques et



s'explique par la modification chimique de la paroi cellulaire de la fibre par le traitement thermique, particulièrement efficace au-delà de 200°C. À cette température les hémicelluloses se dégradent et la teneur de la lignine de type Klason augmente (Nuopponen et al. 2004).

#### 3.4.2 *Angle de contact*

Les résultats obtenus par les essais de l'angle de contact sont résumés dans le tableau 3.7. Ces résultats nous donnent une idée sur la mouillabilité de la surface des CBP. La valeur de l'angle de contact peut être interprétée de la manière suivante : si elle est inférieure à 90°, la surface est mouillable mais, si elle est supérieure à 90°, la surface du CBP est non mouillable (El Hadji 2008). Comme on le remarque dans le tableau 3.7, cette règle est confirmée par le résultat trouvé avec un échantillon de PEHD pur qui est connu comme un matériau hydrophobe.

L'angle de contact varie avec la température, le temps du traitement, et avec l'espèce (Tableau 3.7). Pour le pin gris, les meilleurs résultats sont obtenus à l'aide d'un traitement à 180°C alors que pour le peuplier faux-tremble, c'est avec un traitement à 200°C. Contrairement au pin gris sur lequel le traitement thermique a généralement un effet positif, avec le peuplier faux-tremble tous les traitements thermiques diminuent l'angle de contact mis à part le traitement à 200°C pendant 120 min.

Les résultats des tests de l'angle de contact concordent avec les résultats présentés dans la littérature. Follrich al. (2006) ont mesuré les angles de contact moyens sur les surfaces de bois traité à 200°C pendant 0, 5, 30 et 60 min. Ils ont constaté que les angles de contact augmentent de 50° pour le bois non traité et jusqu'à 90° pour le bois traité. L'augmentation de l'angle de contact peut être interprétée comme une diminution du caractère hydrophile (Gindl et al. 2001)

Le caractère hydrophile du bois est fortement affecté par le traitement thermique, comme nous l'avons déjà mentionné. Ceci pourrait être dû à la plastification de la

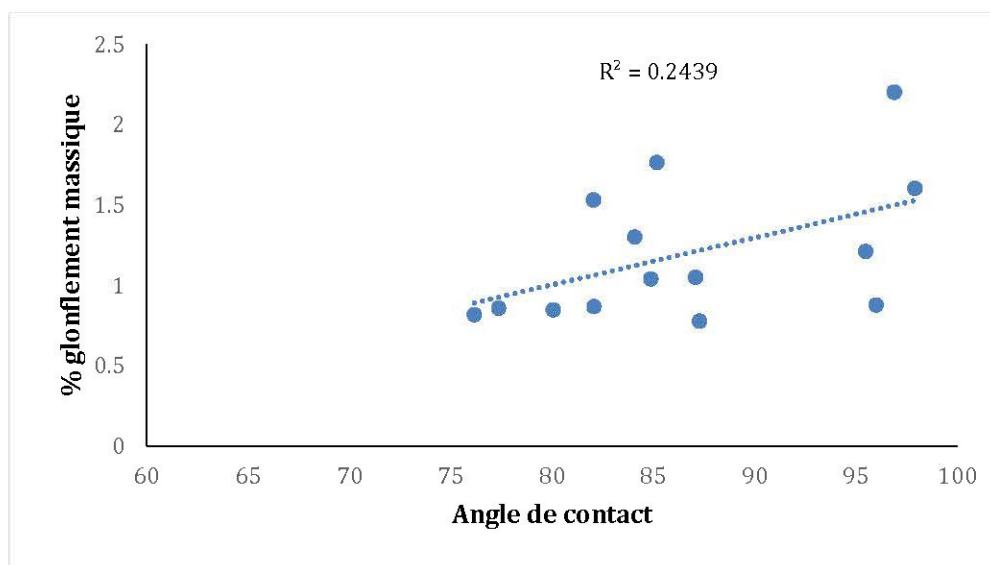
lignine qui commence à la température de transition vitreuse (160 °C), ce qui affecte en particulier les propriétés hydrophiles du bois (Hakkou et al. 2005). Ceci peut aussi expliquer la différence trouvée entre les résultats des CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble et ceux à base de fibres de pin gris, étant donné la différence de composition chimique entre ces deux essences.

**Tableau 3.7:** Résultats des mesures de l'angle de contact du CBP avec l'eau

Température (°C)	Temps (min)	Angles de contact		
		Pin gris	Peuplier faux-tremble	PEHD
20	-	85,2	84,1	92,1
160	60	87,1	76,2	
	120	82,08	77,4	
180	60	96,9	80,1	
	120	97,9	82,1	
200	60	84,9	87,3	
	120	95,48	96	

La relation entre l'angle de contact et le gonflement massique est illustrée à la figure 3.18. Le coefficient de détermination de cette relation est de 24% ( $R^2 = 0,24$ ). Ainsi, l'angle de contact explique seulement 24% de la variation du gonflement massique des CBP. La variation trouvée est contraire à ce que nous avons attendu, soit une diminution du gonflement massique avec l'augmentation de l'angle de contact. Quoique le coefficient de détermination moyen trouvé ( $r=0,49$ ) est faible et non significatif ( $\alpha=0,05$ ), ce résultat inattendu pourra s'expliquer par divers facteurs dont l'erreur expérimentale, et le faible étendu de valeur de gonflement et d'angle de

contact trouvés. Pour réduire cette erreur, il faut mesurer un nombre important d'angles de contact sur un même échantillon et mesurer le gonflement massique sur une plus grande période. Garcia (2005) rapporte également une relation moyenne entre l'angle de contact et l'absorption d'eau dans les panneaux à base de bois.



**Figure 3.18:** Relation entre l'angle de contact et le gonflement massique pour les deux espèces

### 3.4.3 Spectroscopie infrarouge

Les résultats obtenus par spectroscopie infrarouge sont présentés dans les figures 3.19 à 3.23. On remarque que la température et le temps de traitement ont une influence sur la chimie de surface des fibres des deux espèces utilisées.

Les bandes de vibration infrarouge typiques, résumées dans le tableau 3.8, ont été identifiées selon la littérature (Bouafif et al. 2008; Rowell et al. 2005; Migneault et al. 2015). Les spectres FTIR des deux échantillons traités et non traités indiquent l'apparition d'un certain nombre de modifications spectrales après le traitement thermique, même si l'aspect général des spectres reste inchangé.

Le pic le plus prononcé est à  $2362\text{ cm}^{-1}$ . Ce pic est lié à la liaison  $\text{C} \equiv \text{N}$ . On remarque que l'intensité de cette courbe est importante pour les fibres de peuplier faux-tremble non traitées. L'intensité de ce pic diminue avec le traitement thermique à  $180^\circ\text{C}$  et diminue encore plus à  $200^\circ\text{C}$  alors qu'avec un traitement de  $160^\circ\text{C}$ , il disparaît complètement, tel qu'illustré dans la figure 3.18. En comparant ces résultats à ceux de la figure 3.19, on peut remarquer l'influence du temps du traitement. Pour la même température, l'intensité de ce pic diminue encore en passant d'un traitement de 60 min à un traitement de 120 min. Le pic observé vers  $3400\text{ cm}^{-1}$  est associé au groupement hydroxyle.

**Tableau 3.8:** Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées. (Bouafif et al. 2008; Rowell et al. 2005; Migneault et al. 2015)

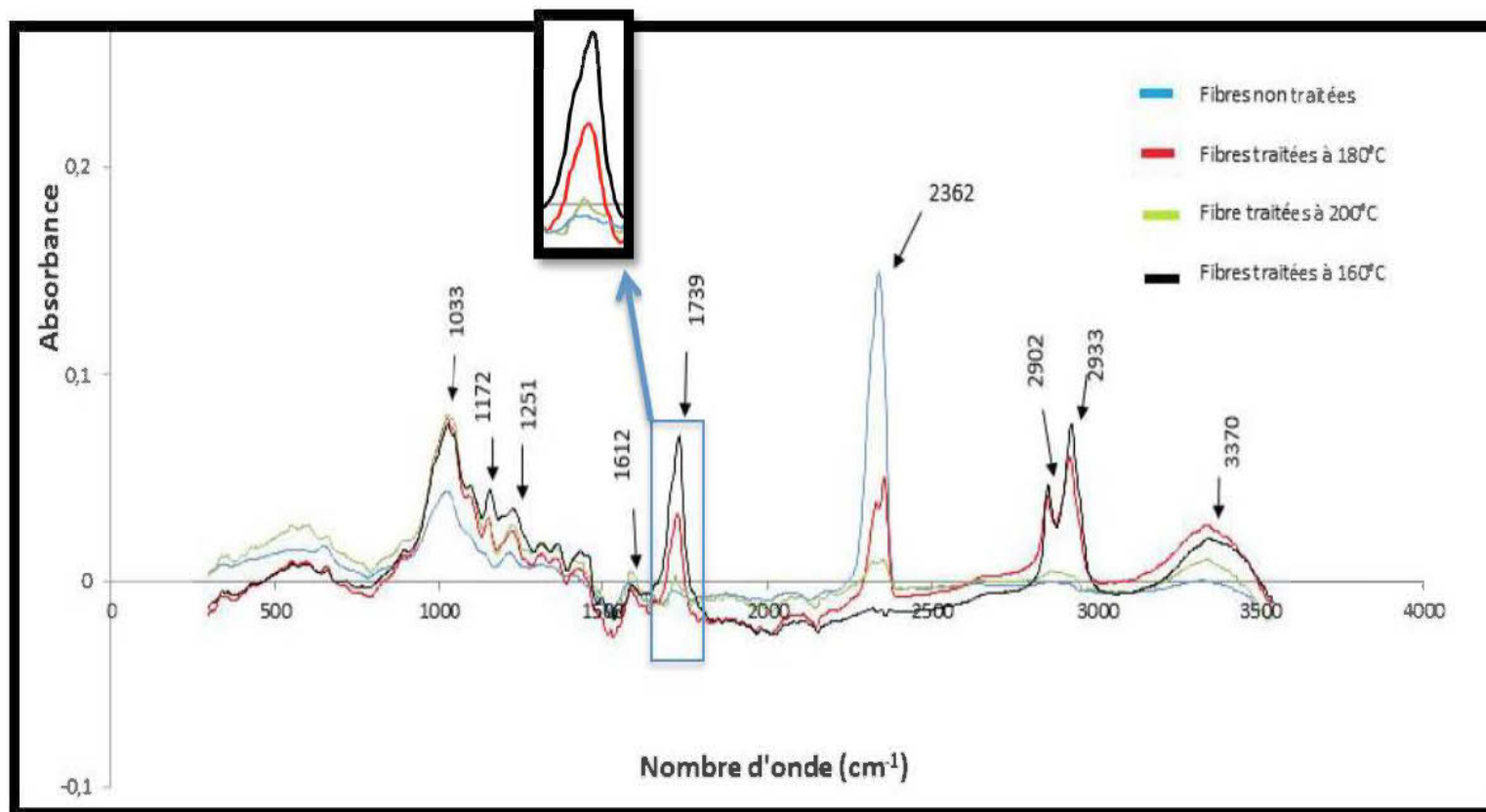
Longueur d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ )	Liaison	Groupements
3200-3400	$-\text{O}-\text{H}$	Alcools et phénols
3100-3500	$-\text{N}-\text{H}$	Amines primaires et secondaires
3000-3100	$=\text{C}-\text{H}$	Alcènes
2800-3000	$-\text{C}-\text{H}$	Alcanes
1650-1750	$-\text{C}=\text{O}$	Aldéhydes et Ester aliphatiques et aromatiques
1525 - 1685	$-\text{C}=\text{C}-$	Alcynes et aromatiques
1050-1450	$-\text{C}-\text{O}-$	Esters et acides
1000-1250	$-\text{C}-\text{C}-$	Alcools

D'autres pics importants peuvent être distingués sur les spectres infrarouges du peuplier faux-tremble. Par exemple, les pics à  $2938$  et à  $2904\text{ cm}^{-1}$  indiquent les

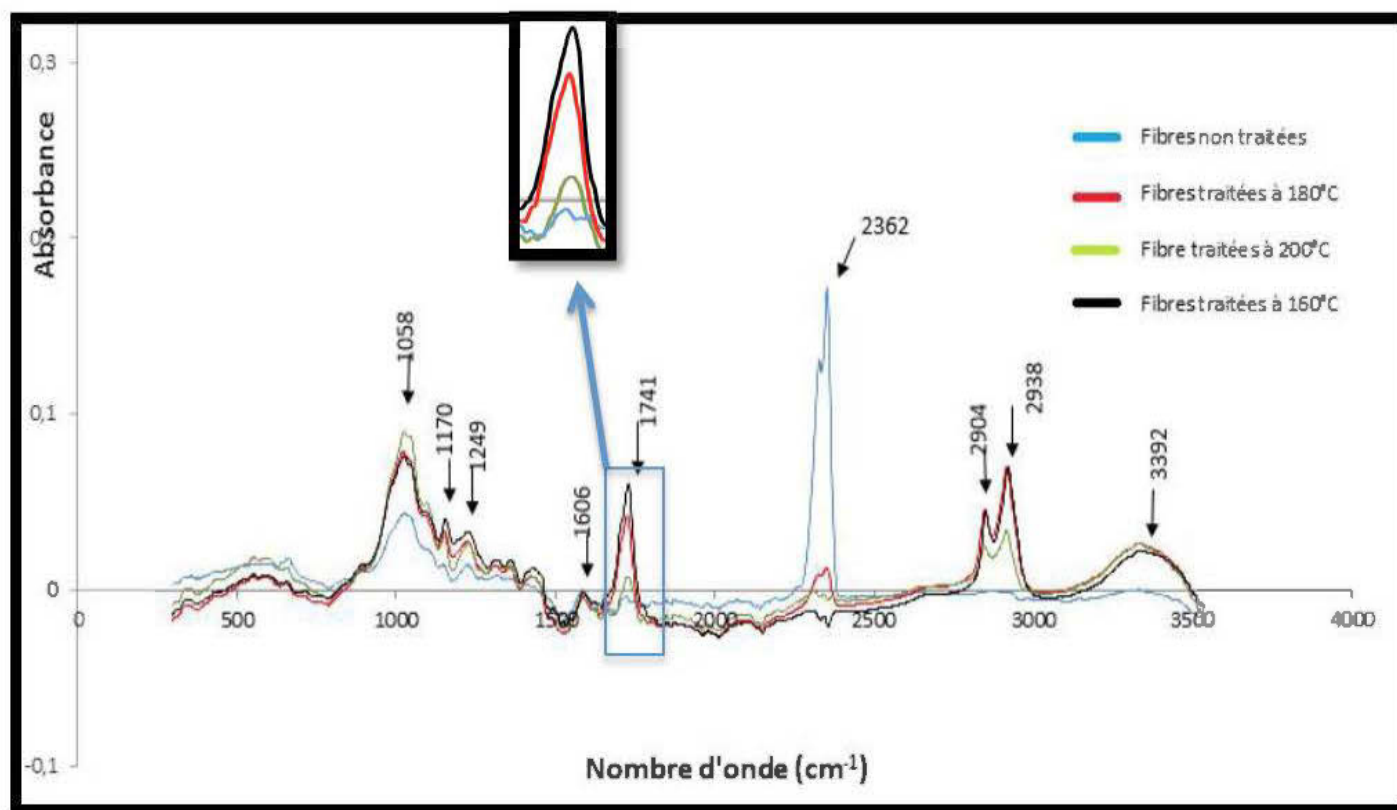
liaisons C-H que l'on peut associer au groupement alcane. On remarque qu'ils sont absents dans le spectre des fibres non traitées et, encore une fois, on remarque l'importance du temps du traitement puisqu'avec un traitement thermique à 200°C pendant 60 min, ces pics sont absents (Figure 3.19) alors qu'on peut les voir clairement dans le spectre des fibres traitées à la même température pendant 120 min (Figure 3.20).

On remarque aussi la formation du pic représentant des liaisons C=O provenant des groupements acétyles vers une longueur d'onde de l'ordre de 1739  $\text{cm}^{-1}$ . L'intensité de ce pic est plus importante avec un traitement à 160°C ou 180°C, comparativement aux résultats obtenus avec un traitement à 200°C.

Le pic observé à 1612  $\text{cm}^{-1}$  est lié à la liaison C=C. Les pics trouvés entre 1000 et 1300  $\text{cm}^{-1}$  prouvent la présence des liaisons C-O, qui sont associées aux groupements alcool. Le pic à 1250  $\text{cm}^{-1}$  est lié à la liaison C-O du groupement ester, à 1272  $\text{cm}^{-1}$ , à un alcool tertiaire et, enfin, à 1035  $\text{cm}^{-1}$  à un alcool primaire.



**Figure 3.19:** Spectres infrarouges des fibres de peuplier faux-tremble traitées et non traitées à différentes températures pendant 60 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à 1739 cm<sup>-1</sup>.



**Figure 3.20:** Spectres infrarouges des fibres de peuplier faux-tremble non traitées et traitées à différentes températures pendant 120 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à  $1741\text{ cm}^{-1}$

Les spectres infrarouges des fibres de pin gris présentés sur les figures 3.21 et 3.22 présentent les mêmes pics observés avec le peuplier faux-tremble, mais on remarque clairement la différence au niveau des intensités des pics qui donnent une idée quantitative sur la différence de la chimie de surface entre ces deux essences.

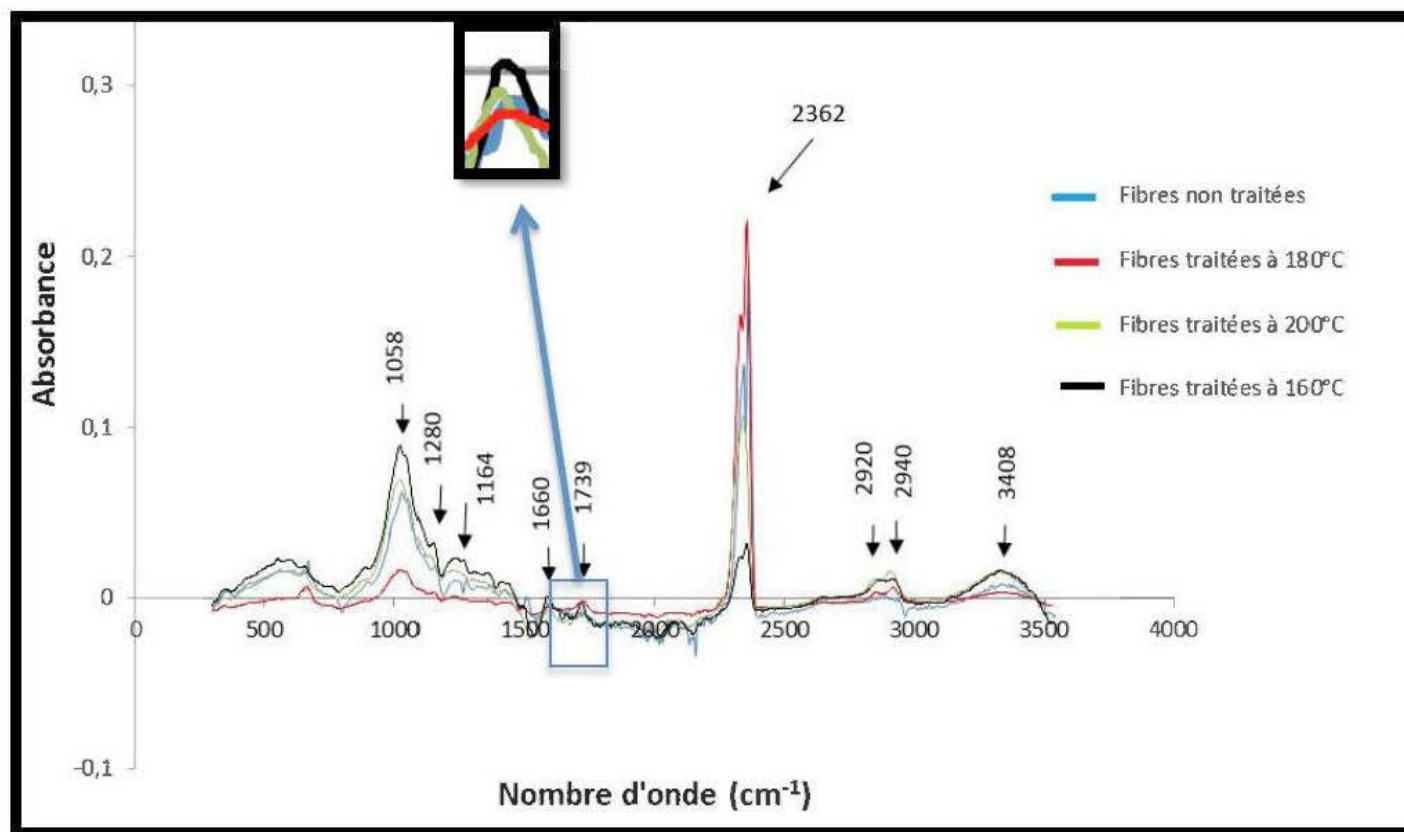
Sur la figure 3.23, on retrouve les spectres infrarouges des CBP à base de fibres traitées et non traitées, avec et sans incorporation d'un agent de couplage. On remarque que, mis à part l'intensité du pic à  $2362\text{ cm}^{-1}$  qui change d'une formulation à une autre, aucune différence n'est remarquée. Cependant, on peut clairement en remarquer une entre les spectres d'un CBP et les spectres des fibres de bois. Ces résultats confirment ceux trouvés par Bouafif et al. (2008) où ils ont confirmé que les spectres infrarouges ne permettent pas de détecter les interactions entre l'agent de couplage et les fibres de bois.

On va s'intéresser particulièrement au changement remarqué au niveau du pic à  $1740\text{ cm}^{-1}$ . Le traitement thermique a conduit à une augmentation de la bande carbonyle à  $1740\text{ cm}^{-1}$ .

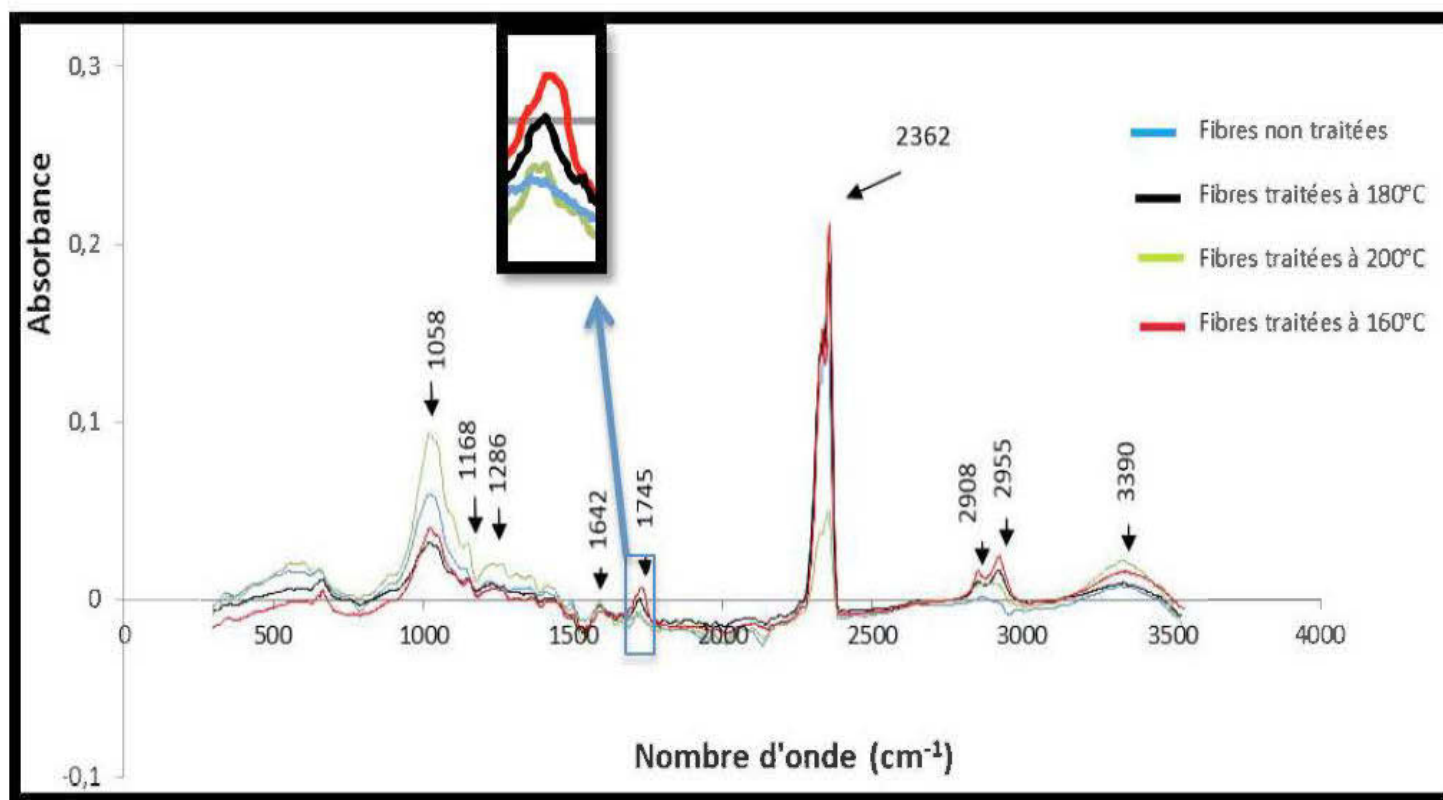
Ce changement peut être expliqué par la dégradation des hémicelluloses et par la formation de nouveaux groupements carbonyles, qui peut être expliqué à son tour par des réactions d'estérification qui se produisent dans le réseau de la lignine et non pas dans l'hollocellulose (Tjeerdsma et al. 2005).

La dissolution de l'hémicellulose et l'estérification peuvent expliquer une faible part de la diminution de l'hygroscopicité déjà trouvée. Les réactions de réticulation de la lignine trouvées à se produire lors du traitement thermique du bois dans des recherches antérieures, peuvent fortement augmenter l'hydrophobicité du bois et, par conséquent, sa stabilité dimensionnelle (Tjeerdsma et al. 1998, 2000).

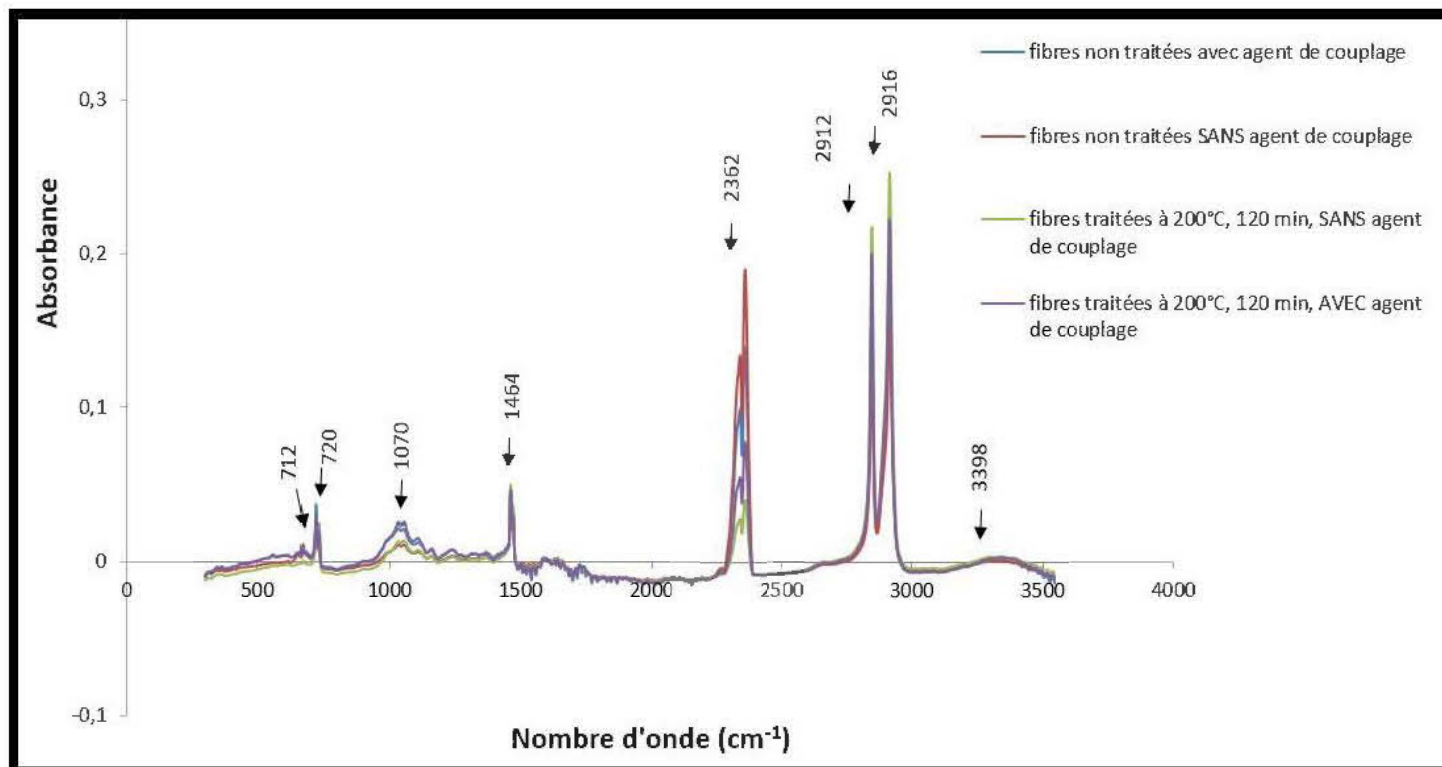




**Figure 3.21:** Spectres infrarouges des fibres de pin non traitées et traitées à différentes températures pendant 60 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à  $1739\text{ cm}^{-1}$



**Figure 3.22:** Spectres infrarouges des fibres de pin non traitées et traitées à différentes températures pendant 120 min avec un agrandissement de 400% sur le pic à 1745 cm<sup>-1</sup>.



**Figure 3.23:** Spectres infrarouges de CBP à base de peuplier faux-tremble non traité et traité à 200°C pendant 120 min.

Migneault et al. (2015) confirment qu'il existe une corrélation significative entre l'intensité des bandes d'absorption FTIR associées à la lignine et les propriétés des CBP. Les fibres avec une surface riche en lignine aboutissent à des CBP avec une plus faible résistance, car le polymère de lignine n'a pas de fonctions oxydées pour la réaction d'estérification avec le MAPE, ce qui concorde avec les résultats trouvés dans nos recherches. Cependant, une investigation plus approfondie en utilisant la technique XPS pourrait donner une idée plus claire. Migneault et al. (2015) ont remarqué qu'il existe des corrélations significatives entre le rapport O/C et les propriétés mécaniques des CBP. Ces corrélations indiquent que le renfort fibreux augmente à mesure que le rapport O/C augmente. Une augmentation de la proportion d'oxygène indique une proportion plus élevée de polysaccharides sur la surface des fibres, et donc plus de sites polaires disponibles tels que les groupements hydroxyles (OH). Ces sites sont disponibles pour la réaction d'estérification avec l'agent de couplage PEMA. Dans le même contexte, Koubaa et al. (1996) ont remarqué une augmentation de la fraction de C<sub>1</sub>, associée à la lignine, sous l'effet de la température, spécialement à 175°C. Cette température dépasse la température de transition vitreuse de la lignine ce qui implique son écoulement et son apparition à la surface de la fibre. La diminution significative du rapport O/C confirme cette hypothèse. D'une autre part, Koubaa et al. (1996) ont constaté, à travers la diminution de C<sub>2</sub>, que le contenu de polysaccharides sur la surface des fibres diminue après traitement à haute température tandis qu'aucune variation au niveau de la quantité de cellulose à la surface de la fibre n'a été remarquée. Ces résultats confirment l'hypothèse qui suggère que l'amélioration de la stabilité dimensionnelle peut être due à l'écoulement de la lignine, avec son caractère hydrophobe, à la surface de la fibre ce qui a été confirmé par Diouf et al. (2011)

### *3.4. Synthèse des résultats*

On présente dans l'annexe B (Tableau B1), les résultats des essais mécaniques, de l'absorption d'eau, de l'angle de contact ainsi que les résultats de la caractérisation thermique des CBP. On remarque que les résultats des essais mécaniques confirment les résultats de l'analyse de la variance. Comme on l'a déjà mentionné, l'effet du changement de l'espèce sur les propriétés mécaniques des CBP est significatif. En comparant le module d'élasticité des CBP à base de fibres de pin gris à celui des CBP à base de fibre de peuplier faux-tremble, on passe de 1,5 GPa à 0,9 GPa. L'effet de la température du traitement aussi est significatif comme le confirment les résultats présentés dans le tableau A.1.

Au niveau des propriétés physiques aussi, on confirme que le changement de l'espèce est fortement significatif pour le gonflement massique. À titre d'exemple, Si on compare le gonflement massique des CBP à base de fibres de pin gris traitées à 180°C pendant 120 min (1,6 %) avec le gonflement massique des CBP à base de fibres de Peuplier faux-tremble traitées dans les mêmes conditions (0,87%), on constate qu'il est deux fois plus élevé. De même pour l'effet de la température sur ce paramètre qui est fortement significatif. On passe d'un gonflement massique de 1,7% pour un CBP à base de fibre de peuplier faux-tremble non traité à un gonflement égal à 0,7% pour le CBP à base de fibre de Peuplier traité à 200°C. de 1,5% à 0,9%.

## CONCLUSIONS

L'objectif de ce projet était d'étudier l'effet du traitement thermique des fibres de bois aux bioesters sur la mise en forme des composites bois-polymère. Deux essences de bois (résineux et feuillu) ont été traitées à trois températures (160, 180 et 200°C) et à deux durées de traitement (60 min et 120 min). Le bois traité a été broyé et des composites avec différentes formulations ont été fabriqués selon deux dispositifs expérimentaux distincts. Enfin, les CBP obtenus et les fibres traitées ont été caractérisés.

L'objectif général ainsi que les objectifs spécifiques ont été atteints. Ainsi, le grand nombre d'essais expérimentaux nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Le prétraitement thermique des fibres à 160°C et 180°C provoque une diminution des propriétés mécaniques des CBP, indépendamment du temps de traitement et des espèces utilisées. Un traitement des fibres à 200°C améliore les propriétés mécaniques des CBP à base de fibres de pin gris indépendamment du temps du traitement en présence de l'agent de couplage. Cependant, pour les CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble, un prétraitement thermique à 200°C pendant 60 minutes améliore les propriétés mécaniques, mais en revanche elles diminuent pour le temps de traitement de 120 minutes.
- L'essai d'absorption d'eau a montré que le prétraitement thermique des fibres tend à diminuer le gonflement massique des CBP à base de fibres de peuplier et, par conséquent, diminuer l'hygroscopicité, indépendamment du temps de traitement. Le même résultat a été noté pour les CBP à base de fibres de pin gris. Pour le pin gris le temps de traitement a une influence importante sur

l'effet du traitement.

- Les propriétés thermiques des CBP ont été clairement influencées par les prétraitements thermiques des fibres :
  - La température de fusion des CBP diminue, généralement, indépendamment du temps du traitement, mis à part avec un traitement à 200°C pendant 60 minutes où l'on a remarqué une augmentation.
  - La température de cristallisation diminue indépendamment du temps du traitement.
  - Le taux de cristallisation des CBP, en présence d'un agent de couplage, augmente pour un traitement de 60 min, indépendamment de la température appliquée. Toutefois, il reste plus ou moins stable avec un traitement de 120 min. En revanche, sans l'utilisation d'un agent de couplage, le taux de cristallisation augmente pour un traitement à 200°C, indépendamment du temps du traitement, et ne change presque pas à 160°C. À 180°C, il augmente pour un traitement de 60 minutes, mais il reste stable pour un traitement de 120 minutes.
- Les observations au microscope électronique à balayage ont expliqué les variations des propriétés mécaniques des CBP avec un prétraitement thermiques des fibres. Il s'est avéré qu'un traitement à 200°C peut améliorer l'adhésion entre les fibres et la matrice.
- Le traitement thermique tend, généralement, à améliorer l'hydrophobicité des CBP, surtout ceux fabriqués à base de fibres de pin gris. Pour les CBP à base de fibres de peuplier faux-tremble, les traitements thermiques n'améliorent l'hydrophobicité qu'avec un traitement à 200°C.

- La structure chimique de la paroi cellulaire des fibres de bois a été modifiée par le traitement thermique. Une différence au niveau de l'intensité des pics a été remarquée, dépendamment de l'espèce et du temps de traitement. Le traitement thermique a conduit à une augmentation de la bande carbonyle à  $1740\text{ cm}^{-1}$ , ce qui peut être expliqué par la dégradation de l'hémicellulose et par la formation de nouveaux groupements carbonyles grâce à des réactions d'estérification.



## RÉFÉRENCES

- Adler, E. (1977). Lignin chemistry—past, present and future. *Wood science and technology*, 11(3), 169-218.
- Area, M. C., & Popa, V. I. (2014). *Wood Fibres for Papermaking*. Shrewsbury: Smithers Rapra Technology, 120 pages.
- Ashori, A., & Sheshmani, S. (2010). Hybrid composites made from recycled materials: moisture absorption and thickness swelling behavior. *Bioresource technology*, 101(12), 471-472
- Ayrilmis, N., & Jarusombuti, S. (2010). Flat-pressed wood plastic composite as an alternative to conventional wood-based panels. *Journal of composite materials*, 45(1), 1-12. , DOI: 10.1177/0021998310371546
- Ayrilmis, N., Jarusombuti, S., Fueangvivat, V., & Bauchongkol, P. (2011). Effect of thermal-treatment of wood fibres on properties of flat-pressed wood plastic composites. *Polymer Degradation and Stability*, 96(5), 818-822
- Ayrilmis, N., Kwon, J. H., Han, T. H., & Durmus, A. (2015). Effect of Wood-derived Charcoal Content on Properties of Wood Plastic Composites. *Materials Research*, 18(3), 654-659
- Balatinecz, J.J. & Park, B.D. (1997). The effects of temperature and moisture exposure on the properties of wood-fiber thermoplastic composites. *Journal of thermoplastic composite materials* (10), 476-487.
- Balasubramanian, M. (2013). *Composite Materials and Processing*.: CRC Press. London, GBR 648 pages
- Baysal, E., Yalinkilic, M., Altinok, M., Sonmez, A., Peker, H. & Colak, M. (2007).

Some physical, biological, mechanical, and fire properties of wood polymer composite (WPC) pretreated with boric acid and borax mixture. *Construction and building materials*, 21 (9):1879–1885.

Beg, M. D. H., & Pickering, K. L. (2006). Fiber pretreatment and its effects on wood fiber reinforced polypropylene composites. *Materials and Manufacturing processes*, 21(3), 303-307.

Beg, M. D. H. (2007). The improvement of interfacial bonding, weathering and recycling of wood fiber reinforced polypropylene composites. Thèse de doctorat, The University of Waikato, Nouvelle Zélande, 191 pages. .

Bledzki, A. K., Gassan, J., & Theis, S. (1998). Wood-filled thermoplastic composites. *Mechanics of composite materials*, 34(6), 563-568.

Boonstra, M. J., Van Acker, J., Tjeerdsma, B. F., & Kegel, E. V. (2007). Strength properties of thermally modified softwoods and its relation to polymeric structural wood constituents. *Annals of forest science*, 64(7), 679-690.

Bradbury, A. G., Sakai, Y., & Shafizadeh, F. (1979). A kinetic model for pyrolysis of cellulose. *Journal of Applied Polymer Science*, 23(11), 3271-3280

Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., Cloutier, A., & Riedl, B. (2008). Analysis of among-species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS: Effects on esterification efficiency. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 28(4), 296-315.

Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., & Cloutier, A. (2009a). Effects of fiber characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(12), 1975-1981.

- Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P., Cloutier, A., & Riedl, B. (2009b). Wood particle/high-density polyethylene composites: Thermal sensitivity and nucleating ability of wood particles. *Journal of Applied Polymer Science*, 113(1), 593-600.
- Bouafif, H. (2009). Effet des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastiques. *Thèse de doctorat à l'institut des sciences et industries du vivant et de l'environnement*, 253 pages
- Borysiak, S., & Doczekalska, B. (2006). Influence of chemical modification of wood on the crystallisation of polypropylene. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 64(6), 451-454.
- Bourgois, J., & Guyonnet, R. (1988). Characterization and analysis of torrefied wood. *Wood Science and Technology*, 22(2), 143-155.
- Bourgois, J., Bartholin, M. C., & Guyonnet, R. (1989). Thermal treatment of wood: analysis of the obtained product. *Wood Science and Technology*, 23(4), 303-310.
- Broido, A. (1976). Kinetics of solid-phase cellulose pyrolysis. Pages 19-36 dans F. Shafizadeh, K. V. Sarkanen, & D. A. Tillman (Eds.), *Uses and Properties of Carbohydrates and Lignins*, New York, NY, USA: Academic Press Academic Press
- Campbell, F. C. (2010). *Structural composite materials*. ASM international, Materials Park, Ohio 44073-0002, 612 pages.
- Centre de recherche industrielle du Québec (CRIQ). (2003). *Profil des produits forestiers deuxième transformation*. Produits composites Bois-polymère rapport présenté au Ministère des Ressources naturelles. Page 18. Code de diffusion

2003-3036.

<http://www.mffp.gouv.qc.ca/publications/forets/entreprises/BoisPolymere.pdf>

Centre de recherche industrielle du Québec (CRIQ). (2013). Étude sur les produits pouvant être fabriqués à partir de bois de trituration de feuillus. Rapport Final, Dossier CRIQ n°46123. Page 54.

<http://www.mffp.gouv.qc.ca/publications/forets/entreprises/bois-trituration.pdf>

Chaala, A & Koubaa, A., (2013). Process and apparatus for the heat treatment wood product and treated wood product *U.S. Patent No. 8,475,880*.

Di Blasi, C., & Lanzetta, M. (1997). Intrinsic kinetics of isothermal xylan degradation in inert atmosphere. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 40, 287-303

Diouf, P. N., Stevanovic, T., Cloutier, A., Fang, C. H., Blanchet, P., Koubaa, A., & Mariotti, N. (2011). Effects of thermo-hygro-mechanical densification on the surface characteristics of trembling aspen and hybrid poplar wood veneers. *Applied Surface Science*, 257(8), 3558-3564.

El Hadji Babacar, L. Y. (2008). *Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose*. Thèse de Doctorat Institut National Polytechnique de Grenoble ; <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00268828/document>.

Espert, A., Vilaplana, F., & Karlsson, S. (2004). Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 35(11), 1267-1276.

Esteves, B., Domingos, I., & Pereira, H. (2008). Pine wood modification by heattreatment in air. *BioResources*, 3(1), 142-154.

- Fang, C. H., Cloutier, A., Blanchet, P., Koubaa, A., & Mariotti, N. (2010).  
Densification of wood veneers combined with oil-heat treatment. Part I:  
Dimensional stability. *BioResources*, 6(1), 373-385.
- Fang, H., Zhang, Y., Deng, J., & Rodrigue, D. (2013). Effect of fiber treatment on the  
water absorption and mechanical properties of hemp fiber/polyethylene  
composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 127(2), 942-949.
- Falk, R. H., Vos, D., & Cramer, S. M. (1999). The comparative performance of wood  
fiber-plastic and wood-based panels. Pages 269-274, *Compte rendu du 5th  
International Conference on Woodfiber-Plastic-Composites, Madison,  
Wisconsin, May 26-27, 1999*
- Felix, J. M., Gatenholm, P., & Schreiber, H. P. (1993). Controlled interactions in  
cellulose- polymer composites. 1: Effect on mechanical properties. *Polymer  
composites*, 14(6), 449-457.
- Follrich, J., Müller, U., & Gindl, W. (2006). Effects of thermal modification on the  
adhesion between spruce wood (*Picea abies* Karst.) and a thermoplastic polymer.  
*Holz als Roh-und Werkstoff*, 64(5), 373-376.
- Forest Products Laboratory. (2010). Wood Handbook—Wood as an Engineering  
Material. General Technical Report FPL-GTR-190. Madison, WI: U.S.  
Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory. 508 p.
- Garcia, R. A. (2005) Amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de  
fibre de bois MDF par traitements physico-chimiques. Thèse de doctorat,  
Université Laval. <http://theses.ulaval.ca/archimede/fichiers/23177/23177.html>

- Garrote, G., Dominguez, H., & Parajo, J. C. (2001). Study on the deacetylation of hemicelluloses during the hydrothermal processing of Eucalyptus wood. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 59(1-2), 53-59
- Ghasmi, I., & Farsi, M. (2010). Interfacial behaviour of wood plastic composite: effect of chemical treatment on wood fibres. *Iranian Polymer Journal*, 19(10), 811-818.
- Gindl, M., Sinn, G., Gindl, W., Reiterer, A., & Tschegg, S. (2001). A comparison of different methods to calculate the surface free energy of wood using contact angle measurements. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 181(1), 279-287.
- Gril, J., Thibaut, B., Berrada, E., & Martin, G. (1993). Recouvrance hygrothermique du bois vert. I. Influence de la température. Cas du jujubier (*Ziziphus lotus* (L) Lam). *Annales des sciences forestières*, 50(1), 57-70
- Guo, D., Chen, F., Inoue, K., Blount, J. W., & Dixon, R. A. (2001). Downregulation of caffeic acid 3-O-methyltransferase and caffeoyl CoA 3-O-methyltransferase in transgenic alfalfa: impacts on lignin structure and implications for the biosynthesis of G and S lignin. *The plant cell*, 13(1), 73-88.
- Hashizume, Y., Yoshizawa, S., Nakamura, T., Yajima, H., Ishii, T. & Handa, T. (1988). Dimensional Stability of Wood-Polymer Composite (WPC) Using the Pretreatment of Liquid Anhydrous Ammonia, *Kobunshi Ronbunshu*, 45 (8), 617-624.
- Hakkou, M., Pétrissans, M., Gérardin, P., & Zoulalian, A. (2006). Investigations of the reasons for fungal durability of heat-treated beech wood. *Polymer degradation and stability*, 91(2), 393-397.

- Hakkou, M., Pétrissans, M., Zoulalian, A., & Gérardin, P. (2005). Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis. *Polymer degradation and stability*, 89(1), 1-5.
- Hosseinaei, O., Wang, S., Taylor, A. M., & Kim, J. W. (2012). Effect of hemicellulose extraction on water absorption and mold susceptibility of wood-plastic composites. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 71, 29-35
- Hsu, W. E., Schwald, W., & Shields, J. A. (1989). Chemical and physical changes required for producing dimensionally stable wood-based composites. *Wood Science and Technology*, 23(3), 281-288.
- Ibach, R. E., Rowell, R. M., Lange, S. E., & Schumann, R. L. (2001). Effect of wet-dry cycling on the decay properties of aspen fiber high-density polypropylene composites. Pages 267 dans *Compte rendu du The Sixth International Conference on Woodfiber-Plastic Composites*, May 15-16, 2001, Madison, Wisconsin
- Julson, J. L., Subbarao, G., Stokke, D. D., Gieselman, H. H., & Muthukumarappan, K. (2004). Mechanical properties of biorenewable fiber/plastic composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 93(5), 2484-2493.
- Joseph, P. V., Joseph, K., Thomas, S., Pillai, C. K. S., Prasad, V. S., Groeninckx, G., & Sarkissova, M. (2003). The thermal and crystallisation studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34(3), 253-266.
- Karmaker, A. C., Hoffmann, A., & Hinrichsen, G. (1994). Influence of water uptake on the mechanical properties of jute fiber- reinforced polypropylene. *Journal of Applied Polymer Science*, 54(12), 1803-1807.

- Karmaker, A. C. (1997). Effect of water absorption on dimensional stability and impact energy of jute fibre reinforced polypropylene. *Journal of Materials Science Letters*, 16(6), 462-464.
- Kamdem, D. P., Pizzi, A., & Jermannaud, A. (2002). Durability of heat-treated wood. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 60(1), 1-6.
- Kaboorani, A., Faezipour, M., & Ebrahimi, G. (2008). Feasibility of using heat treated wood in wood/thermoplastic composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 27(16-17), 1689-1699.
- Kocaefer, D., Poncsak, S., Doré, G., & Younsi, R. (2008). Effect of heat treatment on the wettability of white ash and soft maple by water. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 66(5), 355-361.
- Koubaa, A., Riedl, B., & Koran, Z. (1996). Surface analysis of press dried-CTMP paper samples by electron spectroscopy for chemical analysis. *Journal of Applied Polymer Science*, 61(3), 545-552.
- Li, T. Q., & Wolcott, M. P. (2005). Rheology of wood plastics melts. Part 1. Capillary rheometry of HDPE filled with maple. *Polymer Engineering & Science*, 45(4), 549-559.
- Li, H., Law, S., & Sain, M. (2004). Process rheology and mechanical property correlationship of wood flour-polypropylene composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 23(11), 1153-1158.
- Li, X., Lei, B., Lin, Z., Huang, L., Tan, S., & Cai, X. (2014). The utilization of bamboo charcoal enhances wood plastic composites with excellent mechanical and thermal properties. *Materials & Design*, 53, 419-424.



- Lin, Q., Zhou, X., & Dai, G. (2002). Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 85(14), 2824-2832.
- Liu, F. P., Wolcott, M. P., Gardner, D. J., & Rials, T. G. (1994). Characterization of the interface between cellulosic fibers and a thermoplastic matrix. *Composite Interfaces*, 2(6), 419-432.
- Lu, J. Z., Wu, Q., & McNabb, H. S. (2007). Chemical coupling in wood fiber and polymer composites: a review of coupling agents and treatments. *Wood and Fiber Science*, 32(1), 88-104.
- Lu, Z. (2003). *Chemical coupling in wood-polymer composites*. Thèse de doctorat Iowa State University, 238 pages.
- Malakani, M., Bazyar, B., Talaiepour, M., Hemmasi, A. H., & Ghasemi, I. (2015). Effect of acetylation of wood flour and MAPP content during compounding on physical properties, decay resistance, contact angle, and morphology of polypropylene/wood flour composites. *BioResources*, 10(2), 2113-2129.
- Matuana, L. M., Woodhams, R. T., Balatinecz, J. J., & Park, C. B. (1998). Influence of interfacial interactions on the properties of PVC/cellulosic fiber composites. *Polymer composites*, 19(4), 446-455.
- Matuana, L. M., Balatinecz, J. J., Sodhi, R. N. S., & Park, C. B. (2001). Surface characterization of esterified cellulosic fibers by XPS and FTIR spectroscopy. *Wood Science and Technology*, 35(3), 191-201.
- Mathew, A. P., Oksman, K., & Sain, M. (2006). The effect of morphology and chemical characteristics of cellulose reinforcements on the crystallinity of polylactic acid. *Journal of Applied Polymer Science*, 101(1), 300-310.

- Migneault, S., Koubaa, A., Erchiqui, F., Chaala, A., Englund, K., Krause, C., & Wolcott, M. (2008). Effect of fiber length on processing and properties of extruded wood- fiber/HDPE composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 110(2), 1085-1092.
- Migneault, S., Koubaa, A., & Perré, P. (2014). Effect of fiber origin, proportion, and chemical composition on the mechanical and physical properties of wood-plastic composites. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 34(4), 241-261.
- Migneault, S., Koubaa, A., Perré, P., & Riedl, B. (2015). Effects of wood fiber surface chemistry on strength of wood-plastic composites. *Applied Surface Science*, 343, 11-18.
- Mosier, N., Wyman, C., Dale, B., Elander, R., Lee, Y. Y., Holtzapple, M., & Ladisch, M. (2005). Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass. *Bioresource Technology*, 96(6), 673-686.
- Navi, P., & Heger, F. (2005). *Comportement thermo-hydromécanique du bois: Applications technologiques et dans les structures*. PPUR presses polytechniques, 299 pages, (127-128).
- Nuopponen, M., Vuorinen, T., Jämsä, S., & Viitaniemi, P. (2004). Thermal Modifications in Softwood Studied by FT- IR and UV Resonance Raman Spectroscopies. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 24(1), 13-26.
- Norimoto, M. (2001). Chemical modification of wood. Page 573-598 dans *Wood and cellulosic chemistry*. Deuxième édition. Dekker, New York, 915 pages.

- Oktem, H., Erzurumlu, T., & Uzman, I. (2007). Application of Taguchi optimization technique in determining plastic injection molding process parameters for a thin-shell part. *Materials & Design*, 28(4), 1271-1278.
- Özmen, N., Çetin, N. S., Mengeloğlu, F., Birinci, E., & Karakuş, K. (2012). Effect of wood acetylation with vinyl acetate and acetic anhydride on the properties of wood-plastic composites. *BioResources*, 8(1), 753-767.
- Orfao, J. J. M., Antunes, F. J. A., & Figueiredo, J. L. (1999). Pyrolysis kinetics of lignocellulosic materials—three independent reactions model. *Fuel*, 78(3), 349-358.
- Osso D. (1999). Le thermoformage de mat fibreux à base de bois et de polymères. Rapport provisoire CST 99/012 *CAP Sciences & Techniques*, Dombasle, France.
- Prins, M. J., Ptasinski, K. J., & Janssen, F. J. (2006a). Torrefaction of wood: Part 1. Weight loss kinetics. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 77(1), 28-34.
- Prins, M. J., Ptasinski, K. J., & Janssen, F. J. (2006b). Torrefaction of wood: Part 2. Analysis of products. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 77(1), 35-40.
- Pendleton, D. E., Hoffard, T. A., Adcock, T., Woodward, B., & Wolcott, M. P. (2002). Durability of an extruded HDPE/wood composite. *Forest Products Journal*, 52(6), 21-27.
- Raj, R. G., Kokta, B. V., Maldas, D., & Daneault, C. (1988). Use of wood fibers in thermoplastic composites: VI. Isocyanate as a bonding agent for polyethylene–wood fiber composites. *Polymer Composites*, 9(6), 404-411.
- Razi, P. S., Portier, R., & Raman, A. (1999). Studies on polymer-wood interface bonding: effect of coupling agents and surface modification. *Journal of Composite Materials*, 33(12), 1064-1079.

- R Development Core Team. 2012. R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. ISBN 3-900051-07-0, URL <http://www.R-project.org/>
- Rom, M., Dutkiewicz, J., Fryczkowska, B., & Fryczkowski, R. (2007). The hydrophobisation of cellulose pulp. *Fiber and Textile in Eastern Europe*, 15(5-6), 64-65.
- Rousset, P., Perré, P., & Girard, P. (2004). Modification of mass transfer properties in poplar wood (*P. robusta*) by a thermal treatment at high temperature. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 62(2), 113-119.
- Rowell, R. M. (2004). Chemical modification. *Encyclopedia of Forest Science*, 3, 1269-1274.
- Rowell, R. M., Pettersen, R., Han, J. S., Rowell, J. S., & Tshabalala, M. A. (2005). Cell wall chemistry. Pages 35-74 dans Rowell RM, Eds, *Handbook of wood chemistry and wood composites*. CRC Press.
- Rowell, R. M., Pettersen, R., Han, J. S., Rowell, J. S., & Tshabalala, M. A. (2012). Cell wall chemistry. Pages 35-74 dans Rowell RM, Eds, *Handbook of wood chemistry and wood composites*. CRC Press.
- Sailer, M., Rapp, A. O., Leithoff, H., & Peek, R. D. (2000). Upgrading of wood by application of an oil-heat treatment. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 58(1/2), 15-22.
- Simonsen, J., Freitag, C. M., Silva, A., & Morrell, J. J. (2004). Wood/plastic ratio: Effect on performance of borate biocides against a brown rot fungus. *Holzforschung*, ( 58), 205–208.

- Shi, J. L., Kocaefe, D., & Zhang, J. (2007). Mechanical behaviour of Quebec wood species heat-treated using ThermoWood process. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 65(4), 255-259.
- Stokke, D. D., & Gardner, D. J. (2003). Fundamental aspects of wood as a component of thermoplastic composites. *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 9(2), 96-104.
- Stark, N. M., & Rowlands, R. E. (2003). Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood and Fiber Science*, 35(2), 167-174.
- Stark, N. M., Cai, Z., & Carll, C. (2010). Wood-based composite materials panel products, glued-laminated timber, structural composite lumber, and wood–nonwood composite materials. *Wood Handbook: Wood as an Engineering Material*. Page 1-28. Chapitre 11.
- Soucy, J. (2007). *Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technique d'extrusion*, mémoire présenté à l'Université du Québec à Chicoutimi, 164 Pages (9-10).
- Tjeerdsma, B. F., Boonstra, M., Pizzi, A., Tekely, P., & Militz, H. (1998). Characterisation of thermally modified wood: molecular reasons for wood performance improvement. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 56(3), 149-153.
- Tjeerdsma, B. F., Stevens, M., & Militz, H. (2000). Durability aspects of (hydro) thermal treated wood. *International Research Group on Wood Preservation, Document no. IRG/WP 00-4*.

- Tjeerdsma, B. F., & Militz, H. (2005). Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 63(2), 102-111.
- Trotignon, J. P., & Verdu, J. (1996). Dorbraczynski. A., and M. Piperaud. *Matieres plastiques: structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation*. NATHAN.
- Varhegyi, G., Antal Jr, M. J., Szekely, T., & Szabo, P. (1989). Kinetics of the thermal decomposition of cellulose, hemicellulose, and sugarcane bagasse. *Energy & Fuels*, 3(3), 329-335.
- Varhegyi, G., Jakab, E., & Antal Jr, M. J. (1994). Is the Broido-Shafizadeh model for cellulose pyrolysis true? *Energy & fuels*, 8(6), 1345-1352.
- Varhegyi, G., Antal, M. J., Jakab, E., & Szabó, P. (1997). Kinetic modeling of biomass pyrolysis. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 42(1), 73-87
- Woodward, R. P. (2000). FTA200 Measurement Capabilities. *Technical Information First Ten Ångströms Corp.*
- Wielhorski, Y. (2009). *Transferts de chaleur dans un écoulement de polymère fondu en régime non stationnaire- Application aux procédés d'extrusion et d'injection*. Thèse de doctorat , Université de Nantes, 212 pages.
- Winandy, J. E., & Rowell, R. M. (1984). The chemistry of wood strength. *Advances in Chemistry Series*, (207), 211-255.
- Winandy, J. E., & Lebow, P. K. (2001). Modeling strength loss in wood by chemical composition. Part I. An individual component model for southern pine. *Wood and Fiber Science*, 33(2), 239-254.

- Woodhams, R. T., Thomas, G., & Rodgers, D. K. (1984). Wood fibers as reinforcing fillers for polyolefins. *Polymer Engineering & Science*, 24(15), 1166-1171.
- Wechsler, A., & Hiziroglu, S. (2007). Some of the properties of wood-plastic composites. *Building and Environment*, 42(7), 2637-2644
- Yemele, M. C. N., Koubaa, A., Cloutier, A., Soulounganga, P., & Wolcott, M. (2010). Effect of bark fiber content and size on the mechanical properties of bark/HDPE composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(1), 131-137.
- Yongfeng L. (2011). *Wood-Polymer Composites. Advanced in composite materials-analysis of natural and Man-Made Materials*. Dr. Pavla Tesinova (Ed.) INTECH Open Access Publisher. 230-284.
- Youngquist, J. A., Krzysik, A. M., Muehl, J. H., & Carll, C. (1992). Mechanical and physical properties of air-formed wood-fiber/polymer-fiber composites. *Forest Products Journal*, 42(6), 42-48.
- Zabihzadeh, M., Dastoorian, F., & Ebrahimi, G. (2008). Effect of MAPE on mechanical and morphological properties of wheatstraw/HDPE injection molded composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 24 :447-45

## ANNEXES A

Lien « Dropbox » pour tous les fichiers bruts :

[https://www.dropbox.com/sh/7e679bplhflky5h/AADHVJ4X5SUcZoS0ByrYBLoca?  
dl=0](https://www.dropbox.com/sh/7e679bplhflky5h/AADHVJ4X5SUcZoS0ByrYBLoca?dl=0)



ANNEXES B

**Tableau B.1 :** Tableau récapitulatif des résultats des essais mécaniques, de l’absorption d’eau, de l’angle de contact et les résultats de la caractérisation thermique des CBP.

Température (°C)	Temps (min)	Traction			Flexion			Énergie d'impact (kJ/m <sup>2</sup> )	Gonflement massique (%)	Angle de contact	Avec agent de couplage			Sans agent de couplage		
		MOE (GPa)	MOR (MPa)	$\varepsilon_{max}$ (%)	MOE (GPa)	MOR (MPa)	$\varepsilon_{max}$ (%)				T <sub>f</sub> (°C)	T <sub>c</sub> (°C)	Taux de cristallisation	T <sub>f</sub> (°C)	T <sub>c</sub> (°C)	Taux de cristallisation
Pin gris																
20	-	1,51 (0,19)	40,17 (1,38)	5,28 (0,19)	2,84 (0,04)	46,32 (0,63)	4,08 (0,02)	17,06 (2,57)	1,76 (0,27)	85,2	-	-	-	-	-	-
160	60	0,52 (0,02)	19,10 (0,44)	6,10 (0,29)	0,91 (0,07)	22,78 (1,15)	4,07 (0,07)	12,63 (0,91)	1,05 (0,21)	87,1	-	-	-	-	-	-
	120	0,75 (0,08)	24,36 (0,42)	5,62 (0,10)	1,29 (0,02)	28,44 (0,40)	4,08 (0,02)	12,44 (0,96)	1,53 (0,07)	82,08	-	-	-	-	-	-
180	60	1,06 (0,08)	31,22 (0,24)	6,04 (0,05)	1,64 (0,02)	33,96 (0,17)	4,10 (0,04)	16,65 (1,32)	2,24 (0,29)	96,9	-	-	-	-	-	-
	120	0,89 (0,13)	28,90 (0,28)	5,81 (0,10)	1,63 (0,04)	32,87 (0,89)	4,07 (0,04)	13,97 (1,06)	1,60 (0,53)	97,9	-	--	-	-	-	-
200	60	1,70 (0,20)	46,28 (0,47)	6,50 (0,10)	3,33 (0,08)	50,58 (0,62)	4,17 (0,04)	26,42 (2,03)	1,04 (0,20)	84,9	-	-	-	-	-	-
	120	1,06 (0,05)	34,90 (0,55)	6,67 (0,21)	1,85 (0,04)	35,76 (0,37)	4,18 (0,06)	17,88 (2,23)	1,21 (0,16)	95,48	-	-	-	-		-
Peuplier faux-tremble																
20	-	0,96 (0,26)	28,18 (2,88)	5 (0,47)	1,79 (0,21)	33,26 (2,46)	4,11 (0,27)	9,53 (1,20)	1,30 (0,27)	84,1	134,39	115,69	59,90	137,08	114,57	70,66
160	60	0,78 (0,11)	24,32 (0,84)	6,92 (0,52)	1,46 (0,05)	27,81 (1,22)	4,15 (0,07)	16,51 (3,5)	0,82 (0,08)	76,2	132,51	114,5	63,50	133,22	114,24	69,84
	120	0,67 (0,08)	21,16 (0,58)	4,84 (0,42)	1,09 (0,04)	24,81 (0,40)	4,01 (0,17)	6,79 (1,14)	0,86 (0,02)	77,4	132,75	112,85	58,25	135,21	113,87	69,97
180	60	0,48 (0,08)	18,92 (0,85)	5,18 (0,78)	0,80 (0,09)	21,04 (1,22)	4,15 (0,26)	6,50 (0,96)	0,85 (0,02)	80,1	134,13	113	61,98	136,16	113,52	74,87
	120	0,97 (0,09)	23,82 (0,92)	3,61 (0,36)	1,40 (0,08)	26,48 (0,91)	4,05 (0,19)	5,25 (0,64)	0,87 (0,05)	82,1	134,54	113,61	60,85	135,98	113,07	70,70
200	60	1,44 (0,07)	34,38 (1,92)	5,66 (0,65)	2,14 (0,80)	29,89 (0,93)	4,17 (0,04)	13,72 (2,07)	0,78 (0,03)	87,3	136,12	113,83	63,11	137,93	113,52	72,87
	120	1,53 (0,20)	36,80 (1,14)	5,97 (0,52)	2,44 (0,16)	42,45 (1,78)	4,1 (0,03)	16,51 (4,02)	0,88 (0,02)	96	135,14	113,38	60,20	134,85	114,5	78,13